



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

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

(11)



1-0033727

(51)⁷

C08J 9/18; C08J 9/12; C08J 9/236; C08J 9/232; B29C 44/34; C08J 9/14 (13) **B**

(21) 1-2016-01280

(22) 29/09/2014

(86) PCT/EP2014/070728 29/09/2014

(87) WO 2015/052020 16/04/2015

(30) 13187895.1 09/10/2013 EP

(45) 25/10/2022 415

(43) 26/09/2016 342A

(73) BASF SE (DE)

67056 Ludwigshafen, Germany

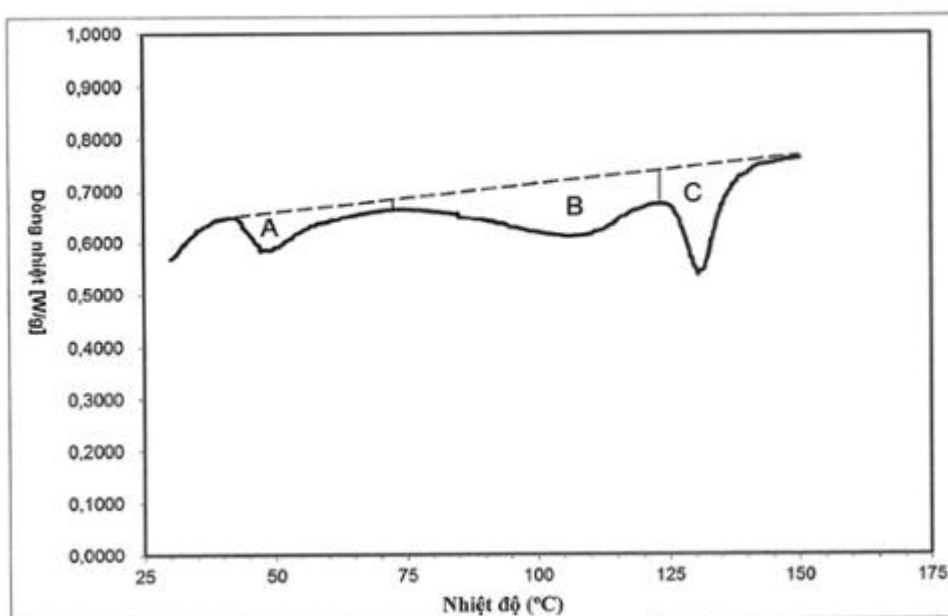
(72) KEPPELER, Uwe (DE).

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

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT HẠT XÓP TRƯƠNG NỖ, HẠT XÓP TRƯƠNG NỖ, QUY TRÌNH SẢN XUẤT KHUÔN VÀ KHUÔN THU ĐƯỢC TỪ QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt xốp trương nở từ hạt chứa ít nhất một polyeste phân hủy sinh học thu được nhờ phản ứng đa trùng ngưng. Sáng chế cũng đề cập đến hạt xốp trương nở thu được nhờ quy trình này, quy trình sản xuất khuôn từ các hạt xốp này và khuôn thu được bằng quy trình này.

Ví dụ về phép đo nhiệt lượng quét vi sai của hạt xốp



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt xốp trương nở từ hạt chứa ít nhất một polyeste phân hủy sinh học bao gồm:

A1) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit succinic, axit adipic, hoặc axit sebacic, hoặc hỗn hợp của chúng,

A2) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit terephthalic,

B) 98,5 đến 100% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), 1,4-butandiol hoặc 1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng; và

C) 0,05% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên các thành phần A1) đến A2) và B, một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

C1) hợp chất có ít nhất ba nhóm có khả năng tạo thành este,

C2) isocyanat hai hoặc nhiều chức,

C3) epoxit hai hoặc nhiều chức;

gồm các bước sau:

(i) tạo ra huyền phù chứa các hạt có trọng lượng hạt trung bình cộng nằm trong khoảng từ 10 đến 60 mg/hạt trong môi trường huyền phù,

(ii) tẩm các hạt có mặt trong huyền phù từ bước (i) với ít nhất một chất trợ nở vật lý, để thu được các hạt thấm đẫm chất trợ nở trong huyền phù, bằng cách gia nhiệt hỗn hợp đến nhiệt độ IMT khử áp, có khuấy, và

(iii) khử áp huyền phù thu được trong bước (ii) sau khi hết thời gian lưu và làm mát huyền phù đã khử áp bằng chất làm mát dạng nước lỏng, để thu được hạt xốp trương nở,

bao gồm việc xử lý trong môi trường huyền phù nước, bổ sung chất trợ nở trong bước (i) hoặc trong bước (ii) trong suốt giai đoạn gia nhiệt hoặc ngay sau giai đoạn gia nhiệt, và trong bước (ii), sau khi gia nhiệt, giữ huyền phù ở nhiệt độ trong khoảng từ nhiệt độ IMT trừ 5°C đến nhiệt độ IMT cộng 2°C trong từ 3 đến 100 phút, và trong đó

tỷ lệ của chất làm mát so với môi trường huyền phù ít nhất là 0,3.

Sáng chế cũng đề cập đến hạt xốp trương nở thu được nhờ quy trình này, để sản xuất khuôn đúc từ các hạt xốp này và đến việc sử dụng các khuôn đúc này để dùng cho tấm phủ sàn phòng buồng hoặc sàn thể thao, để làm đồ bảo vệ cơ thể, để làm đệm bảo vệ trong mũ bảo hiểm xe đạp, dùng cho các thành phần viền trong kết cấu ô tô, dùng cho bộ phận làm giảm âm thanh và rung, dùng cho bao bì hoặc đế giày.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bọt xốp dẻo là vật liệu sản xuất tổng hợp có kết cấu ô trong toàn bộ thể tích của chúng, có tỷ trọng thấp hơn tỷ trọng của vật liệu kết chặt mà từ đó chúng được tạo ra. Tầm quan trọng của chúng làm vật liệu xây dựng nhẹ là không ngừng gia tăng, do chúng thường có sự kết hợp bất thường của các tính chất cơ học với tỷ trọng thấp. Giá trị độ dẫn nhiệt thường là rất thấp và do đó một số bọt xốp có tầm quan trọng đáng kể làm vật liệu cách nhiệt.

Việc xử lý bọt xốp dẻo sau khi sử dụng đôi khi là vấn đề. Một khả năng nữa cũng thường xảy ra đi cùng với việc tái sinh năng lượng là việc tái chế vật liệu. Tuy nhiên, sẽ mong muốn có khả năng phân hủy sinh học, ví dụ như trong hệ thống ủ phân.

Bọt xốp dựa trên polyeste đã được biết đến trong nhiều công bố khác nhau. Các loại bọt xốp này thường được tạo ra bằng quy trình ép đùn.

Quy trình này có nhược điểm là nó có thể thường tạo ra chỉ các kiểu dáng đơn giản chẳng hạn như khối, tấm, và lớp mỏng (phôi bọt xốp). Cũng thường có giới hạn về độ dày tối đa của khối có thể được sản xuất bằng quy trình này.

Ngược lại, khuôn của hầu hết các hình dạng mong muốn có thể được tạo ra bằng cách sử dụng hạt xốp này.

WO 2012/020112 mô tả, bằng cách đưa ví dụ, quy trình sản xuất hạt dựa trên polyeste trương nở và hạt xốp thu được từ đó bằng cách sử dụng quy trình ép đùn. Tuy nhiên, các tính chất cơ học của khuôn được tạo ra từ chúng không phải luôn luôn thích hợp cho các ứng dụng đòi hỏi độ bền kéo cao và độ biến dạng kéo cao khi đứt gãy.

Các vấn đề này có thể tránh được bằng cách sử dụng cái được gọi là quy trình hấp như được mô tả, ví dụ trong Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, vol. A11 1988.

Phạm vi của các yêu cầu được đặt ra đối với hạt xốp tạo ra và khuôn thu được từ chúng có thể khác nhau rất lớn, tùy thuộc vào lĩnh vực ứng dụng. Tuy nhiên, có thể xác định các yêu cầu tối thiểu chung cho độ thích hợp của quy trình đối với nhiều vật liệu khác nhau. Đó là:

- Khả năng sản xuất hạt xốp trên khoảng mật độ khối rộng, và cụ thể ở đây cần có thể đạt được mật độ khối rất thấp bất kể hình dáng và kích cỡ của hạt. Trọng lượng thấp của khuôn thu được dẫn đến tiết kiệm chi phí.
- Hạt xốp có cấu trúc chủ yếu là bọt xốp ô kín. Điều này mang lại khả năng gia công tốt trong các máy đúc có bán trên thị trường sử dụng phương pháp điền đầy áp lực, và dẫn đến độ hấp thụ nước thấp.
- Tầm hoàn toàn các hạt polyme để thu được hạt xốp không có lõi kết chặt. (Không suy giảm tính chất cơ học hoặc tính chất xúc giác của khuôn thu được.)

Nhiều thông số có thể thay đổi trong quy trình hấp để tuân theo các yêu cầu này. Chúng là, không kể những thông số khác, môi trường huyền phù, loại chất trợ nở và nồng độ của chúng, đường cong gia nhiệt, và nhiệt độ ngâm tẩm (IMT). Nhìn chung là không thể lấy một thông số hoặc một nhóm thông số, mà đặc biệt thích hợp cho một vật liệu và sử dụng nó cho một vật liệu khác.

WO 00/68303 mô tả tổng quát quy trình sản xuất hạt polyme trương nở dựa trên các polyeste bão hòa có thể phân hủy sinh học trong quy trình hấp. Tốt hơn là, môi trường huyền phù được sử dụng ở đây là etylen glycol và glyxerol có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 1,1 đến 1,25 g/cm³. Các quy trình này không phải luôn luôn thỏa mãn hoàn toàn về mặt quy trình, khả năng của quy trình, và profin tính chất của hạt xốp trương nở có thể thu được từ quy trình.

JP 2004 143269 bộc lộ quy trình hấp vi hạt xốp được làm từ các polyeste có khả năng phân hủy sinh học được xác định ngay từ đầu; làm mát thuận lợi môi trường huyền phù bằng cách bổ sung chất làm mát không được mô tả trong JP 2004 143269. Về tính đồng nhất của mẻ sản xuất, các tính chất bề mặt của hạt xốp và độ bóng của hạt kết hợp, quy trình được biết đến trong JP 2004 143269 là chưa đạt yêu cầu. Hơn nữa, hạt xốp thu được từ vi hạt và khuôn có được từ chúng có độ nảy chưa đạt yêu cầu.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã tìm ra quy trình hấp có thể nâng cấp để sản xuất hạt xốp trương nở từ hạt chứa ít nhất một polyeste có khả năng phân hủy sinh học gồm:

A1) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit suxinic, axit adipic, hoặc axit sebacic, hoặc hỗn hợp của chúng,

A2) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit terephthalic,

B) 98,5 đến 100% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), 1,4-butandiol hoặc 1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng; và

C) 0,05% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên các thành phần A1) đến A2) và B, một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

C1) hợp chất có ít nhất ba nhóm có khả năng tạo este,

C2) isoxyanat hai hoặc nhiều chức,

C3) epoxit hai hoặc nhiều chức;

gồm các bước sau:

(i) tạo ra huyền phù chứa hạt có trọng lượng hạt trung bình cộng nằm trong khoảng từ 10 đến 60 mg/hạt trong môi trường huyền phù,

(ii) tẩm hạt có trong huyền phù từ bước (i) với ít nhất một chất trợ nở vật lý, để thu được hạt thấm đẫm chất trợ nở trong huyền phù, bằng cách gia nhiệt hỗn hợp đến nhiệt độ IMT khử áp, có khuấy, và

(iii) khử áp huyền phù thu được trong bước (ii) sau khi hết thời gian lưu và làm mát huyền phù đã khử áp bằng chất làm mát dạng nước lỏng, để thu được hạt xốp trương nở,

bao gồm việc xử lý trong môi trường huyền phù nước, bổ sung chất trợ nở trong bước (i) hoặc trong bước (ii) trong suốt giai đoạn gia nhiệt hoặc ngay sau giai đoạn gia nhiệt, và trong bước (ii), sau khi gia nhiệt, giữ huyền phù ở nhiệt độ trong khoảng từ nhiệt độ IMT trừ 5°C đến nhiệt độ IMT cộng 2°C trong từ 3 đến 100 phút, và trong đó tỷ lệ của chất làm mát so với môi trường huyền phù ít nhất là 0,3.

Với quy trình này, có thể nâng cấp, mà không gặp các vấn đề nêu trên, quy trình

sản xuất hạt xốp trương nở đáp ứng nhu cầu tối thiểu được mô tả ở trên. Hạt xốp có thể được xử lý theo cách đơn giản không ngờ để thu được khuôn có tính chất cơ học tuyệt vời về độ bền kéo, biến dạng kéo khi đứt gãy, độ nảy, và biến dạng dư khi nén.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là hình thể hiện ví dụ về phép đo nhiệt lượng quét vi sai của hạt xốp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết ở dưới đây.

Quy trình theo sáng chế để sản xuất hạt xốp trương nở sử dụng hạt chứa polyeste có khả năng phân hủy sinh học được đề cập ở trên.

Polyeste có khả năng phân hủy sinh học dựa trên axit dicarboxylic thơm và béo, và dựa trên hợp chất dihydroxy béo còn được gọi là polyeste bán thơm. Tất cả các polyeste này đều có khả năng phân hủy sinh học theo DIN EN 13432. Dĩ nhiên, cũng có thể sử dụng hỗn hợp của nhiều polyeste loại này.

Thuật ngữ polyeste bán thơm (béo-thơm) trong sáng chế là nhằm bao gồm các dẫn xuất polyeste chứa lên đến 10% mol các chức khác ngoài chức este, ví dụ là polyeteeste, polyesteamit hoặc polyeteesteamit, và polyesteuretan. Trong số các polyeste bán thơm là polyeste mạch thẳng không bị kéo dài mạch (WO 92/09654). Ưu tiên các polyeste bán thơm kéo dài mạch và/hoặc mạch nhánh. Các polyeste bán thơm mạch nhánh được biết từ các tài liệu sau mà đã được nêu ở trên: WO 96/15173 đến 15176, 21689 đến 21692, 25446, 25448, hoặc WO 98/12242, được kết hợp vào bản mô tả bằng cách viện dẫn. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp gồm nhiều polyeste bán thơm khác nhau. Các phát triển được quan tâm gần đây dựa trên vật liệu tái tạo (xem WO-A 2006/097353, WO-A 2006/097354, và WO2010/034689). Thuật ngữ polyeste bán thơm cụ thể có nghĩa là các sản phẩm chẳng hạn như ecoflex® (BASF SE) và Enpol® (Ire Chemicals).

Polyeste bán thơm được ưu tiên bao gồm các polyeste chứa, làm thành phần cơ bản:

A1) 40 đến 60% mol, tốt hơn là 52 đến 58% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit suxinic, axit adipic, hoặc axit sebaxic, hoặc hỗn hợp của chúng, đặc biệt tốt hơn là axit suxinic, axit adipic hoặc axit sebaxic,

A2) 40 đến 60% mol, tốt hơn là 42 đến 48% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit terephthalic,

B) 98,5 đến 100% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), 1,4-butandiol hoặc 1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng; và

C) 0,05% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên các thành phần A1) đến A2) và B, một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

C1) hợp chất có ít nhất ba nhóm có khả năng tạo thành este, tốt hơn nếu là glyxerol hoặc pentaerythritol,

C2) isoxyanat hai hoặc nhiều chức, tốt hơn nếu là hexametylen diisoxyanat;

C3) epoxit hai hoặc nhiều chức, tốt hơn nếu là copolyme của styren, axit (met)acrylic và axit glycidylmetacrylic.

Thành phần A1 được sử dụng là axit suxinic, axit adipic, axit azelaic, axit sebaxic, axit brassylic, hoặc dẫn xuất tạo thành este tương ứng của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng. Đặc biệt tốt hơn là sử dụng axit suxinic, axit adipic, hoặc axit sebaxic, hoặc dẫn xuất tạo thành este tương ứng của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng. Hơn nữa, axit suxinic, axit azelaic, axit sebaxic, và axit brassylic có ưu điểm là chúng có thể thu được từ vật liệu tái tạo được.

Đặc biệt ưu tiên là các polyeste béo-thơm sau đây: polybutylen adipat terephthalat (PBAT), polybutylen sebacat terephthalat (PBSeT), và polybutylen suxinat terephthalat (PBST), và rất đặc biệt ưu tiên là polybutylen adipat terephthalat (PBAT) và polybutylen sebacat terephthalat (PBSeT).

Axit dicarboxylic thơm hoặc dẫn xuất tạo thành este của chúng A2 có thể được dùng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơn hai trong số chúng. Đặc biệt tốt hơn là sử dụng axit terephthalic hoặc dẫn xuất tạo thành este của chúng, ví dụ dimetyl terephthalat.

Thành phần B được sử dụng là 1,4-butandiol và 1,3-propandiol. Hơn nữa, 1,3-propandiol có ưu điểm là chúng có thể thu được ở dạng vật liệu thô tái chế được. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp.

Việc sử dụng thường được tạo thành từ 0,01% đến 2% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,05% đến 1,5% trọng lượng, và đặc biệt tốt hơn là từ 0,1% đến 0,3% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của polyeste, chất phân nhánh (C1), và/hoặc từ 0,1% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của polyeste, chất kéo dài mạch (C2 hoặc C3). Chất phân nhánh tốt hơn nếu là ít nhất rượu trihydric, hoặc ít nhất axit carboxylic triaxit. Chất kéo dài mạch cụ thể có thể được sử dụng là isoxyanat hoặc epoxit hai chức.

Chất phân nhánh được ưu tiên đặc biệt C1 có 3 đến 6 nhóm chức. Các chất sau được nêu làm ví dụ: axit tartaric, axit xitric, axit malic; trimetylpropan, trimetyloetan; pentaerythritol; polytetriol và glyxerol, axit trimesic, axit trimellitic, anhydrit trimellitic, axit pyromellitic, và dianhydrit pyromellitic. Ưu tiên là các polyol chẳng hạn như trimetylpropan, pentaerythritol, và cụ thể là glyxerol. Bằng cách sử dụng thành phần C, có thể xây dựng các polyeste có khả năng phân hủy sinh học có tính giả dẻo. Polyeste có khả năng phân hủy sinh học có khả năng gia công tốt hơn.

Chất kéo dài mạch (C2 hoặc C3) được sử dụng, mà cũng có thể được coi là chất tạo nhánh mạch dài, đặc biệt là hexametylen diisoxyanat hoặc copolyme của styren, axit (met)acrylic và axit glycidylmetacrylic.

Khối lượng mol trung bình số (M_n) của polyeste nói chung là nằm trong khoảng từ 5000 đến 100.000g/mol, cụ thể là nằm trong khoảng từ 10.000 đến 75.000g/mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15.000 đến 38.000g/mol, khối lượng mol trung bình khối (M_w) là nằm trong khoảng từ 30.000 đến 300.000g/mol, tốt hơn là từ 60.000 đến 200.000 g/mol, và tỷ lệ M_w/M_n của chúng là từ 1 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 4. Độ nhớt nội tại là từ 50 đến 450g/mL, tốt hơn là từ 80 đến 250g/mL (được đo ở o-diclobenzen/phenol (tỷ lệ trọng lượng 50/50)). Điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 85 đến 150°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95 đến 140°C.

Polyeste bán thơm được ưu tiên được đặc trưng bởi khối lượng mol (M_n) nằm trong khoảng từ 1000 đến 100.000 g/mol, cụ thể là nằm trong khoảng từ 9000 đến 75.000g/mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10.000 đến 50.000g/mol, và điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 60°C đến 170°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80°C đến 150°C.

MVR (tốc độ chảy thể tích) theo EN ISO 1133 (190°C, khối lượng 2,16 kg) nói

chung là từ 0,1 đến 70 cm³/10 phút, tốt hơn là từ 0,8 đến 70cm³/10 phút, và cụ thể là từ 1 đến 60 cm³/10 phút.

Số axit theo DIN EN 12634 nói chung là từ 0,01 đến 1,2 mg KOH/g, tốt hơn là từ 0,01 đến 1,0 mg KOH/g, và đặc biệt tốt hơn là từ 0,01 đến 0,7 mg KOH/g.

Các bước riêng lẻ (i) đến (iii) của quy trình theo sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây.

Bước (i) của quy trình theo sáng chế bao gồm việc tạo ra huyền phù chứa các hạt polyeste được mô tả ở trên trong môi trường huyền phù.

Bước (i) của quy trình theo sáng chế sử dụng polyeste ở dạng hạt. Quy trình này cho phép sử dụng khoảng rộng của các kích thước hạt khác nhau và do đó cả trọng lượng hạt. Tuy nhiên, kích thước hạt trung bình (trọng lượng hạt trung bình) là một trong các thông số quyết định ảnh hưởng đến việc lựa chọn thông số sản xuất chính xác. Trọng lượng hạt quyết định trọng lượng, và tác động đến kích thước, của hạt xốp trương nở.

Trọng lượng hạt trung bình được xác định là trung bình cộng bằng cách cân 3 × 10 hạt.

Hạt polyeste có thể có đường kính trung bình là từ 1 đến 6 mm, đặc biệt là từ 2 đến 5 mm, tốt hơn nữa là từ 3 mm đến 4,5 mm.

Tốt hơn nếu các hạt hình trụ hoặc tròn có thể được sản xuất bằng phương pháp hóa hợp bất kỳ đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực với sự tạo hạt sau đó ở dạng cắt nóng hoặc lạnh. Ví dụ, bằng cách trộn polyeste, tùy ý cùng với chất phụ gia khác trong máy ép đùn vít kép, nén từ máy ép đùn, tùy ý làm mát và tạo hạt. Phương pháp tương ứng được mô tả, ví dụ, trong Kunststoff Taschenbuch, Hauser-Verlag, 28th edition, 2001.

Các hạt riêng biệt của vật liệu được tạo hạt này thường có trọng lượng từ 0,5 đến 100 mg/hạt. Theo ứng dụng, các kích thước hạt và mật độ khối khác nhau của hạt xốp được ưu tiên. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, với các ứng dụng cần độ nảy cao hơn, ví dụ đế giày của giày thể thao hoặc lớp phủ sàn thể thao, hạt xốp đặc biệt thích hợp là hạt có trọng lượng hạt trung bình từ 10 đến 60 g/hạt và tốt hơn nữa là từ 21 đến 50 mg/hạt. Khuôn được tạo ra từ hạt xốp này thường có độ nảy được đo theo

DIN EN ISO 8307 ngày 1 tháng 1 năm 2008 là từ 50% đến 80% và tốt hơn là từ 60% đến 75%. Tuy nhiên, nếu hạt xốp được sản xuất bởi quy trình được mô tả trong JP 2004 143269, khuôn được sản xuất từ các hạt xốp này sẽ có độ nảy thấp hơn rõ rệt.

Tốt hơn là, hạt được sử dụng trong bước (i) của quy trình theo sáng chế có thể tùy ý chứa các chất phụ gia khác.

Các chất này có thể là, ví dụ chất tạo hạt nhân mà có thể ảnh hưởng đến kiểu ô. Lượng thường được sử dụng của các chất này là từ 0,001% đến 10,0%, tính trên các hạt, tốt hơn là từ 0,01% đến 1,0%, rất đặc biệt tốt hơn là từ 0,02% đến 0,2%. Ví dụ về vật liệu thích hợp là bột talc, parafin và/hoặc sáp, và cả muối than, grafit, và silic dioxid được hun khói, và hơn nữa là các zeolit tổng hợp hoặc tự nhiên và, tùy ý được cải biến, các bentonit, đặc biệt ưu tiên là bột talc.

Tốt hơn nếu hạt được sử dụng trong bước (i) có thể còn bao gồm các chất bổ sung thông thường chẳng hạn như chất chống oxy hóa, chất ổn định, chất làm chậm cháy, sáp, chất độn, chất màu, và thuốc nhuộm. Chất phụ gia thích hợp đã được biết về bản chất bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực và được liệt kê làm ví dụ trong EP 1 514 896 A1.

Trong bước (i) của quy trình theo sáng chế, hạt được tạo huyền phù trong môi trường huyền phù thích hợp. Nói chung, có thể sử dụng môi trường huyền phù bất kỳ đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực là phù hợp, trong đó chúng đảm bảo rằng hạt được sử dụng không hòa tan trong đó. Ví dụ về môi trường huyền phù chứa nước đặc biệt thích hợp theo sáng chế là nước, và hỗn hợp của nước với từ 5 đến 50% trọng lượng, dựa trên hỗn hợp, của dung môi hữu cơ phân cực, ví dụ metanol, etanol, các propanol chẳng hạn như isopropanol, glyxerol, etylen glycol, hoặc các keton chẳng hạn như axeton, hoặc hỗn hợp các dung môi hữu cơ. Để thu được huyền phù chứa hạt có tính đồng nhất tối đa sử dụng tối thiểu nguồn khuấy trộn, WO00/68303 ưu tiên chọn môi trường huyền phù có tỷ trọng tương đương với tỷ trọng của hạt – nghĩa là tỷ trọng từ 1,1 đến 1,3 kg/m³. Do đó, WO 00/68303 khuyến nghị sử dụng chất lỏng chẳng hạn như etylen glycol và glyxerol có tỷ trọng từ 1,1 đến 1,3 kg/m³ làm môi trường huyền phù. Tuy nhiên, các chất chẳng hạn như etylen glycol nguy hiểm cho sức khỏe và nằm trên điểm bốc cháy tạo thành hỗn hợp hơi-không khí dễ cháy. Bất ngờ là, đã phát hiện ra rằng bước (i) của quy trình theo sáng chế có thể sử

dụng hỗn hợp chứa nước hoặc tốt hơn là nước làm môi trường huyền phù mà không có các nhược điểm đã nói ở trên.

Lượng môi trường huyền phù trong huyền phù thường được chọn theo cách sao cho tỷ lệ pha của hạt được sử dụng trong bước (i) với môi trường huyền phù là $> 0,2$, tốt hơn là $> 0,25$. Tỷ lệ pha của hạt được sử dụng trong bước (i) với môi trường huyền phù thường là $< 1,20$, tốt hơn là $< 1,00$, đặc biệt tốt hơn là $< 0,80$.

Tỷ lệ pha của sáng chế đề cập đến tỷ lệ của hạt, được đo bằng kilogam, với môi trường huyền phù, cũng theo kilogam. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực biết được phương pháp để điều chỉnh tỷ lệ theo sáng chế, và ví dụ 500kg hạt trong 1000kg nước cho tỷ lệ pha hạt:nước là 0,5.

Lượng hạt được đưa vào huyền phù theo bước (i) được tính từ tỷ lệ pha hạt:môi trường huyền phù được mô tả ở trên.

Tốt hơn nếu hạt được tạo huyền phù trong nước trong bể phản ứng có khuấy. Tốt hơn nếu ở đây sử dụng ít nhất một chất hỗ trợ huyền phù để đảm bảo sự phân bố đồng đều của hạt trong môi trường huyền phù.

Chất hỗ trợ huyền phù thích hợp là chất ổn định vô cơ không tan trong nước, ví dụ tricanxi phosphat, magie pyrophosphat, kim loại cacbonat, chẳng hạn như canxi cacbonat, và hơn nữa là rượu polyvinyl, và chất hoạt động bề mặt. Lượng sử dụng của các chất hỗ trợ huyền phù này, cụ thể là chất ổn định vô cơ không tan trong nước đã nêu, thường là từ 0,005% đến 10% trọng lượng, dựa trên toàn bộ huyền phù. Lượng sử dụng của chất hoạt động bề mặt ion, ví dụ natri dodecylarylsulfonat, hoặc của chất hoạt động bề mặt không ion, ví dụ etoxylat rượu béo như được mô tả, ví dụ trong "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, sixth edition, topic: Surfactant", thường là từ 2 đến 2000 ppm, cụ thể từ 2 đến 500 ppm, dựa trên toàn bộ huyền phù. Thường sử dụng hợp chất không tan trong nước kết hợp với chất hoạt tính bề mặt (chất hoạt động bề mặt). Tuy nhiên, cũng có thể thực hiện quy trình theo sáng chế mà không có chất ổn định vô cơ không tan trong nước bất kỳ.

Bước (i) của quy trình theo sáng chế có thể được tiến hành ở nhiệt độ thích hợp bất kỳ. Nhiệt độ này là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực, và ví dụ bước (i) của quy trình theo sáng chế thường được thực hiện ở nhiệt độ mà tại đó

môi trường huyền phù được sử dụng là chất lỏng, ví dụ ở nhiệt độ từ 15°C đến 35°C, đặc biệt tốt hơn là ở nhiệt độ môi trường xung quanh.

Bước (ii) của quy trình theo sáng chế bao gồm việc tẩm hạt có trong huyền phù từ bước (i) với ít nhất một chất trợ nở, để thu được hạt thấm đẫm chất trợ nở trong huyền phù.

Hoạt động trong bước (ii) của quy trình theo sáng chế, ví dụ được thực hiện trong bình ngâm tẩm, ví dụ trong thiết bị phản ứng thùng khuấy. Huyền phù từ bước (i) của quy trình theo sáng chế thường có mặt trong thiết bị phản ứng, ví dụ trong thùng ngâm tẩm, tốt hơn là có dạng hạt nhỏ trong nước làm môi trường huyền phù, tùy ý có chất hỗ trợ huyền phù. Sau đó, tốt hơn là ít nhất một chất trợ nở được đong vào huyền phù.

Nói chung, có thể sử dụng chất trợ nở bất kỳ đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Điểm sôi của chất trợ nở thường là từ -25°C đến 150°C ở áp suất khí quyển, cụ thể là từ -10°C đến 125°C.

Chất trợ nở tốt hơn nếu là hydrocacbon béo mạch thẳng hoặc vòng, ví dụ metan, etan, n-propan, isopropan, n-butan, isobutan, pentan, xyclopentan, hexan, và heptan, hydrocacbon được halogen hóa, ví dụ diclodiflometan, triclomonoflometan, rượu, ví dụ metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, và n-butanol, keton, ví dụ 3,3-dimetyl-2-butanon và 4-metyl-2-pentanon, ete, este, hoặc nitơ, không khí, hoặc cacbon dioxit. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp chất trợ nở. Tốt hơn nếu sử dụng butan làm chất trợ nở – vật liệu được sử dụng trong thực hành thường là hỗn hợp công nghiệp của n- và isobutan – và sử dụng nitơ làm đồng chất trợ nở.

Do tính tan khác nhau của các chất trợ nở trong polyeste theo sáng chế có thể, thông qua việc chọn chất trợ nở và lượng sử dụng của chất trợ nở, để tác động đến các tính chất của hạt xốp trương nở, cụ thể là mật độ khối, kiểu ô, và khả năng kết tinh. Tính chất của các hạt này sẽ ảnh hưởng đến khả năng gia công sau đó và các tính chất của khuôn thu được sau khi xử lý. Các hydrocacbon cụ thể như butan khác đáng kể về mặt tính tan trong polyeste theo sáng chế so với cacbon dioxit.

Tốt hơn nếu sử dụng n-butan, isobutan, hỗn hợp công nghiệp được nói đến ở trên của hai butan, cacbon dioxit, và/hoặc nitơ làm chất trợ nở, và đặc biệt ưu tiên là sử

dụng n-butan hoặc cacbon dioxit. Cacbon dioxit và/hoặc nitơ, tốt hơn là nitơ, có thể, như được nêu ở trên, được sử dụng làm chất đồng trợ nở.

Ngoài ra, lượng sử dụng của ít nhất một chất trợ nở thường là từ 1% đến 50% trọng lượng, tốt hơn là từ 1% đến 30% trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là từ 5% đến 25% trọng lượng, trong mỗi trường hợp tính trên các hạt. Lượng chất trợ nở cụ thể đảm bảo chất lượng ngâm tẩm tốt. Chất trợ nở có thể được đưa vào tất cả trong một lần hoặc theo từng phần. Chất đồng trợ nở, ví dụ nitơ, thường được cung cấp ở nhiệt độ (khởi phát) dưới pic nóng chảy thứ nhất trong DSC của polyeste theo sáng chế, ví dụ ở 50°C. Việc này được thực hiện bằng cách phun chất đồng trợ nở để tăng nội áp suất trong thiết bị phản ứng ngâm tẩm, tốt hơn nếu là 0,2 đến 1,5 MPa (2 đến 15 bar).

Khi butan hoặc cacbon dioxit được sử dụng làm chất trợ nở, nitơ làm chất đồng trợ nở có thể làm tăng đặc biệt mật độ ô và làm giảm mật độ khối thu được.

Các chất có trong thiết bị phản ứng thường được gia nhiệt ở tốc độ gia nhiệt cao, nghĩa là $> 1,5^{\circ}\text{C}/\text{phút}$, tốt hơn là $> 2,0^{\circ}\text{C}/\text{phút}$, đến nhiệt độ huyền phù nằm trong khoảng từ 90 đến 110°C. Việc bổ sung chất trợ nở ở đây có thể được tiến hành trước, trong hoặc sau khi gia nhiệt các chất bên trong thiết bị phản ứng, tốt hơn nếu là trước khi gia nhiệt. Tuy nhiên, chất trợ nở nên được bổ sung vào trước khi bắt đầu thời gian lưu.

Nhiệt độ ngâm tẩm thực tế, nghĩa là nhiệt độ tại đó việc khử áp đột ngột diễn ra ở bước (iii), phải ở trong vùng lân cận của điểm hóa mềm của copolyeste, ví dụ từ nhiệt độ thấp hơn điểm nóng chảy 30°C đến nhiệt độ cao hơn điểm nóng chảy 20°C (điểm nóng chảy tinh thể) của polyeste. Nhiệt độ ngâm tẩm được ưu tiên đối với copolyeste theo sáng chế là từ 100°C đến 130°C, cụ thể là từ 100°C đến 120°C.

Áp suất thu được (áp suất ngâm tẩm) trong thiết bị phản ứng đóng kín phụ thuộc vào lượng và bản chất của chất trợ nở, và cả vào nhiệt độ, và thường có áp suất đồng hồ do từ 1 đến 4 MPa (10 đến 40 bar).

Do nhiệt độ tăng chiếm ưu thế dưới các điều kiện ngâm tẩm, và áp suất đồng hồ đo, chất trợ nở khuếch tán vào trong hạt của copolyeste theo sáng chế. Điều này xảy ra ở tốc độ khác nhau tùy vào bản chất và nồng độ của chất trợ nở, trọng lượng hạt, tỷ lệ pha đã chọn, và cả mức điền đầy của thùng. Tuy nhiên, hạt xốp có profin tính chất

mong muốn có thể thu được trong bước (iii) của quy trình chỉ khi có sự ngâm tẩm hoàn toàn.

Các thông số ngâm tẩm được chọn gồm trọng lượng hạt, môi trường huyền phù, loại và nồng độ của chất trợ nở, tỷ lệ pha, mức điền đầy của thùng, và ảnh hưởng của IMT, trong giới hạn nhất định, độ kết tinh sau đó của hạt xốp và do đó các tính chất vật lý khác của hạt đã nói, và cả các tính chất của chúng trong khi xử lý để thu được khuôn.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng thông số cơ bản để thiết lập độ kết tinh của hạt xốp là tốc độ gia nhiệt bị làm chậm 5°C trước khi đạt đến IMT. Cụ thể, tốc độ gia nhiệt trung bình đã được chứng minh là có lợi ở 5°C trước khi đạt đến IMT là từ $0,05$ đến $1,5^{\circ}\text{C/phút}$, tốt hơn là từ $0,08$ đến $0,5^{\circ}\text{C/phút}$, và đặc biệt tốt hơn là từ $0,1$ đến $0,24^{\circ}\text{C/phút}$.

Tốc độ gia nhiệt trung bình trong vùng IMT tương ứng trong thực tế với thời gian lưu của huyền phù, trong suốt quá trình ngâm tẩm, trong khoảng nhiệt độ từ thấp hơn IMT 5°C đến cao hơn IMT 2°C trong khoảng từ 3 đến 100 phút, tốt hơn là từ 10 đến 60 phút, và đặc biệt tốt hơn là từ 21 đến 50 phút.

Với tốc độ gia nhiệt trung bình cao ($> 1,5^{\circ}\text{C/phút}$) và thời gian lưu dưới 3 phút, không thể đạt được mật độ khối thấp ($< 300 \text{ kg/m}^3$) hoặc chất lượng ngâm tẩm chấp nhận được ngay cả ở nồng độ chất trợ nở cao hoặc thông qua việc tăng IMT. Đôi khi có sự giảm mạnh tính đồng nhất của sản phẩm (phân bố kích thước hạt hẹp). Tốc độ gia nhiệt trung bình thậm chí còn thấp hơn hoặc thời gian lưu thậm chí dài hơn, hơn 100 phút, mà không mang lại cải thiện đáng kể bất kỳ, và không hợp lý về mặt kinh tế.

Mục đích của quy trình theo sáng chế là sự phân bố kích thước hạt hẹp trong một mẻ và trương nở hoàn toàn hạt ban đầu để thu được hạt xốp. Tuy nhiên, thông thường cần phải tách biệt các mẻ vật liệu chưa được tạo bọt xốp hoặc được tạo bọt xốp chưa hoàn toàn bằng rây có kích thước lỗ $M = PD \times 1,25$ trong đó PD trong trường hợp tạo hạt trong nước tương ứng với đường kính hạt trung bình, và trong trường hợp sợi được tạo hạt đến đường kính lớn hơn của bề mặt cắt hình tròn hoặc elip. Trong trường hợp chất lượng ngâm tẩm không đủ, phần thải loại bỏ qua rây là hơn 15%, nghĩa là (hiệu suất) phân đoạn tốt là $< 95\%$. Trong trường hợp tính đồng nhất chấp nhận được, phần thải qua rây là từ 5% đến 15%, và trong trường hợp tính đồng nhất tốt thì phần

thải qua rây là $< 5\%$, nghĩa là năng suất là lớn hơn 95%. Hạt cần phải được tạo bọt xốp để có cấu trúc ô đồng nhất. Khi cấu trúc ô là chưa đủ, vật liệu kết chặt có mặt ở tâm, và đôi khi cả ở ngoại biên, của hạt xốp hoặc trên toàn bộ thể tích của hạt xốp, có các ô (ngay cả khi chỉ rất ít) xuất hiện với độ dày của thành ô $> 500\mu\text{m}$.

Cấu trúc ô chấp nhận được nghĩa là sự ngấm tẩm hoàn toàn hạt polyme (cấu trúc ô trên toàn bộ thể tích của hạt xốp mà không có lõi đặc và, độ dày của thành ô ở tâm là từ $150\mu\text{m}$ đến $500\mu\text{m}$). Lớp có độ dày $< 500\mu\text{m}$ ở vỏ ngoài của hạt xốp là dạng ô nhỏ đến đặc.

Khi cấu trúc ô là tốt, độ dày của thành ô ở tâm là nhỏ hơn $100\mu\text{m}$. Lớp có độ dày $< 500\mu\text{m}$ ở vỏ ngoài của hạt xốp là dạng ô nhỏ đến đặc.

Tùy theo lựa chọn thông số ngấm tẩm (ví dụ, sự kết hợp không thuận lợi của nồng độ chất trợ nở, nhiệt độ ngấm tẩm và thời gian lưu), hạt có thể có cấu trúc ô tốt nhưng tuy nhiên có bề mặt hạt bị xẹp hoàn toàn khi kết thúc bước theo sáng chế. Điều này xảy ra đặc biệt là khi bỏ qua việc làm mát. Mục đích là sản xuất hạt xốp tròn đầy có bề mặt hạt sáng bóng và mịn.

Ở cuối bước (ii) theo sáng chế, hạt thấm đẫm chất trợ nở thu được trong huyền phù.

Bước (iii) của quy trình theo sáng chế bao gồm việc khử áp và làm mát huyền phù thu được trong bước (ii) thông qua việc tiếp xúc với chất làm mát thích hợp (quy trình làm mát).

Trong bước (iii) của quy trình theo sáng chế, huyền phù thường được khử áp thông qua thiết bị thích hợp. Tốt hơn nếu huyền phù bắt đầu rời khỏi thùng ngấm tẩm thông qua van. Để làm giảm sự hỗn loạn của luồng khử áp và để phát triển dòng chảy tầng, luồng đã nói sau đó có thể tốt hơn là được thực hiện thông qua đoạn ngắn của ống khử áp, phần đầu của nó có tấm đục lỗ. Thời gian khử áp có thể được kiểm soát bằng độ dài và đường kính của ống khử áp, và cả đường kính của tấm đục lỗ.

Huyền phù có thể được khử áp ngay lập tức đến áp suất khí quyển, ví dụ 0,1013 MPa (1013 mbar). Tuy nhiên, tốt hơn nếu khử áp trong bình trung gian, áp suất trong đó đủ để tạo bọt xốp hạt đã nạp chất trợ nở, nhưng có thể cao hơn áp suất khí quyển. Ví dụ, việc khử áp được thực hiện đến áp suất đồng hồ đo (gauge pressure) từ 0,05 đến

0,5 MPa (0,5 đến 5 bar), cụ thể là từ 0,1 đến 0,3 MPa (1 đến 3 bar). Trong khi khử áp, áp suất ngâm tăng (áp suất tăng do các thông số ngâm tăng được chọn trước khi đi vào bước giảm áp) trong bình ngâm tăng có thể được giữ không đổi, bằng sự bổ sung sau đó chất trợ nở hoặc khí trợ nén, ví dụ nitơ. Tuy nhiên, cũng có thể và thường thuận lợi là, vài giây trước khi khử áp, tăng tiếp áp suất ngâm tăng có bằng cách phun nitơ (áp suất phụt), thường lên đến 4 MPa (40 bar), và sau đó giữ áp suất phụt không đổi. Áp suất phụt tăng dẫn đến cụ thể là giảm mật độ khối và tính độ đồng nhất của sản phẩm lớn hơn (sự phân bố kích thước hạt hẹp hơn).

Trong khi khử áp, chất trợ nở có chứa trong hạt trương nở, theo cách sao cho thu được hạt xốp trương nở. Do đó, sau khi khử áp, thu được huyền phù chứa hạt xốp trương nở.

Trong bước khử áp, huyền phù có thể được tiếp xúc với chất làm mát lỏng thích hợp (bước làm mát). Chất làm mát thường được đóng vào thông qua một hoặc nhiều vòi phun được sắp xếp thành vòng ngay sau thiết bị khử áp tương ứng. Điều này dẫn đến hạt xốp có vỏ dày hơn và, kết quả là bề mặt hạt mượt và sáng hơn so với bước khử áp không có làm mát. Các sản phẩm này đem lại các ưu điểm trong xử lý sau đó để thu được khuôn và ở khuôn thu được (bề mặt khuôn sáng hơn, mịn hơn). Quy trình tương ứng, ví dụ đối với hạt xốp polypropylen, được mô tả trong EP 2336225. Chất làm mát được sử dụng tốt hơn là nước có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5°C đến 50°C. Tỷ lệ của lượng chất làm mát với lượng môi trường huyền phù được sử dụng ít nhất là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 20 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 10.

Hạt xốp trương nở có thể được tách khỏi huyền phù theo cách thông thường, ví dụ thông qua lọc, ví dụ sử dụng rây lưới hoặc rây tĩnh, hoặc bằng cách ly tâm hoạt động liên tục.

Ngoài ra, môi trường huyền phù bám dính dư và/hoặc chất hỗ trợ huyền phù bám dính dư có thể tùy ý được loại bỏ trước hoặc sau quá trình tách. Hạt xốp trương nở sau đó có thể được rửa và sấy.

Trong bước tiếp theo, ít nhất các hạt không được tạo bọt xốp được tách bỏ bằng rây thích hợp.

Mật độ khối của hạt xốp trương nở thu được sau bước (iii) thường là từ 5 đến

300 kg/m³, tốt hơn là từ 30 đến 200 kg/m³, và đặc biệt tốt hơn là từ 60 đến 120 kg/m³.

Theo một phương án khác nữa về quy trình theo sáng chế, hạt xốp trương nở (hạt xốp trương nở S) thu được trong bước (iii) được tạo bọt xốp tiếp để thu được hạt xốp trương nở N có mật độ khối thấp hơn. Bước này còn được gọi là “tạo bọt xốp sau”. Bước bổ sung này cụ thể là được sử dụng để tận dụng lợi thế vận chuyển và bảo quản hạt xốp có mật độ khối cao. Việc tạo ra mật độ khối thấp mong muốn sau đó có thể được trì hoãn cho đến khi được yêu cầu.

Quy trình tạo bọt xốp thêm của hạt xốp trương nở S thu được trong bước (iii) của quy trình theo sáng chế là đã được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực và được mô tả, ví dụ trong EP 1 533 335.

Hạt xốp S có thể tùy ý được cung cấp thêm chất chống vón trước bước tạo bọt xốp sau. Theo phương án được ưu tiên, điều này đạt được bằng cách phủ. Các chất chống vón thông thường cũng được mô tả trong EP 1 533 335.

Tỷ lệ của mật độ khối của hạt xốp trương nở S so với mật độ khối của hạt xốp trương nở N được tạo bọt xốp sau được biết đến là hệ số trương nở, và đặc biệt tốt hơn là từ 1,2 đến 3.

Hạt xốp trương nở S hoặc N được tạo ra theo sáng chế chủ yếu là ô kín, tỷ lệ theo thể tích của ô kín được xác định theo DIN EN ISO 4590 ngày 1 tháng 8 năm 2003, và chúng thường có mật độ ô (số ô/khu vực) là từ 1 đến 750 ô/mm², tốt hơn là từ 2 đến 500 ô/mm², cụ thể là từ 5 đến 200 ô/mm², và đặc biệt tốt hơn là từ 10 đến 100 ô/mm².

Hạt xốp trương nở S hoặc N thường ít nhất là gần như hình cầu. Đường kính phụ thuộc vào trọng lượng hạt đã chọn của các hạt ban đầu và vào mật độ khối được tạo ra. Tuy nhiên, đường kính của hạt xốp thường là từ 1 đến 30 mm, tốt hơn là từ 3,5 đến 25 mm, và cụ thể là từ 4,5 đến 25 mm. Trong trường hợp hạt xốp không phải là hình cầu, mà là ví dụ hình dài, hình trụ hoặc elip, đường kính sẽ là kích thước dài nhất.

Cấu trúc tinh thể của hạt xốp trương nở có thể được đặc trưng bởi phép đo nhiệt lượng quét vi sai (differential scanning calorimetry, DSC) theo ISO 11357-3 (German version of 04.01.2013). Để đo, từ 3 đến 5 mg hạt xốp được gia nhiệt ở nhiệt độ từ 20°C đến 200°C ở tốc độ gia nhiệt 20°C/phút, và dòng nhiệt thu được được xác định ở

lần chạy đầu tiên.

Trong mỗi trường hợp, ít nhất hai và thường tối đa là bốn pic thu nhiệt có thể được phát hiện trong lần chạy DSC đầu tiên (xem minh họa trên Fig. 1). Giá trị tối đa của pic này xuất hiện ở nhiệt độ cao nhất luôn luôn cao hơn nhiệt độ của điểm nóng chảy của polyeste được sử dụng và cao hơn điểm nóng chảy khi hỗn hợp polyeste được sử dụng. Ngoài ra, giá trị tối đa của ít nhất một pic của ít nhất hai pic thu nhiệt có mặt là thấp hơn nhiệt độ của điểm nóng chảy của polyeste được sử dụng (điểm nóng chảy của hỗn hợp polyme được sử dụng).

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hạt xốp thu được nhờ quy trình theo sáng chế luôn thể hiện, trong DSC, cấu trúc hai hoặc nhiều pic. Hơn nữa, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hạt xốp có khả năng gia công tốt – cụ thể các tính chất nóng chảy tốt – khi tổng các pic thu nhiệt (nghĩa là, trên Fig. 1, tổng lượng nhiệt tương ứng với khu vực A, B, và C) tạo ra lượng nhiệt ít nhất 5 J/g. Sự nóng chảy được cải thiện có thể tạo ra các khuôn có tính chất cơ học được cải thiện, ví dụ trong thử nghiệm độ bền kéo.

Sáng chế cũng đề xuất hạt xốp trương nở thu được thông qua quy trình theo sáng chế. Hạt xốp này là khác hạt xốp được biết trong WO00/068303 ở chỗ trong DSC theo ISO 11357-3 (German version of April 1, 2013) chúng thể hiện cấu trúc hai pic hoặc nhiều pic. Độ kết tinh cao hơn của hạt xốp theo sáng chế là rõ ràng từ lượng nhiệt thu nhiệt được đo (lớn hơn hoặc bằng 5 J/g) trong DSC theo ISO 11357-3 (German version of April 1, 2013). Xuất hiện dòng nhiệt thu nhiệt riêng.

Hạt xốp S hoặc N có thể được cung cấp chất chống tĩnh điện. Theo một phương án được ưu tiên, điều này đạt được thông qua việc phủ.

Hạt xốp trương nở S hoặc N được tạo ra theo sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra khuôn bọt xốp (bọt xốp) bằng các quy trình đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Ví dụ, hạt xốp trương nở S hoặc N có thể được gắn dính với nhau có sự hỗ trợ của chất dính trong quy trình liên tục hoặc theo mẻ, ví dụ sử dụng chất dính polyuretan đã biết trong tài liệu.

Tuy nhiên, tốt hơn nếu các hạt xốp trương nở được làm từ polyeste được dung

hợp với nhau trong khuôn kín có tiếp xúc nhiệt. Để làm được như vậy, các hạt xốp được nạp vào khuôn, và khi khuôn đã được đóng kín thì hơi hoặc không khí nóng được đưa vào, gây trương nở thêm hạt xốp và dung hợp chúng với nhau để thu được bột xốp, tốt hơn là có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 8 đến 300 kg/m³. Bột xốp có thể là bán thành phẩm, chẳng hạn như tấm, biên dạng, hoặc lưới, hoặc khuôn thành phẩm có hình dạng đơn giản hoặc phức tạp. Do đó, danh pháp bao gồm bột xốp, sản phẩm bột xốp bán thành phẩm và khuôn bột xốp.

Sáng chế do đó cũng đề xuất bột xốp chứa hạt xốp trương nở S hoặc N, có thể được tạo ra, tốt hơn là đã được tạo ra, bằng quy trình theo sáng chế.

Sáng chế còn đề xuất khuôn có thể được tạo ra, tốt hơn là đã được tạo ra, từ hạt xốp trương nở S hoặc N có thể được tạo ra theo sáng chế.

Sáng chế cũng đề xuất khuôn chứa hạt xốp trương nở S hoặc N có thể được tạo ra bằng quy trình theo sáng chế.

Sáng chế cũng đề xuất quy trình sản xuất khuôn, gồm ít nhất các bước sau:

1. tạo ra hạt xốp trương nở S hoặc N theo quy trình nêu ở trên theo sáng chế, và
2. tạo bột xốp cho hạt xốp S hoặc N trong khuôn thích hợp để thu được khuôn.

Trong quy trình này, hạt xốp trương nở S hoặc N trước tiên được tạo ra theo các bước (i) đến (iii) như được mô tả ở trên. Hạt xốp trương nở S có thể tùy ý được sử dụng để sản xuất hạt xốp N bằng bước tạo bột xốp sau.

Bước (2.) bao gồm việc tạo bột xốp cho hạt xốp trương nở S hoặc N trong khuôn thích hợp để thu được khuôn.

Theo một phương án được ưu tiên, bước (2.) được thực hiện bằng cách dung hợp hạt xốp trương nở S hoặc N với nhau trong khuôn kín có tiếp xúc nhiệt. Để làm điều này, hạt xốp tốt hơn là được nạp vào khuôn và, sau khi khuôn đã đóng kín, đưa hơi hoặc không khí nóng vào, làm trương nở thêm hạt xốp và dung hợp chúng với nhau để thu được khuôn, tốt hơn là có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 8 đến 350 kg/m³. Tỷ lệ của tỷ trọng khuôn với mật độ khối của hạt xốp trương nở ở đây thường là $> 1,1$.

Theo một phương án được đặc biệt ưu tiên, khuôn thu được bằng các quy trình đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực, ví dụ quy trình điền đầy bằng

áp lực hoặc quy trình nén, quy trình đúc khuôn dương hoặc quy trình nứt gãy, hoặc sau khi điều áp trước. Các quy trình tương ứng được bộc lộ trong DE-A 25 42 453 và EP-A-0 072 499.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng hạt xốp trương nở có thể được tạo ra theo sáng chế và có trọng lượng hạt trung bình từ 10 đến 60 mg/hạt đối với sản xuất khuôn.

Các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng các khuôn được tạo thành từ hạt xốp trương nở có trọng lượng hạt trung bình từ 10 đến 60 mg/hạt có độ nảy cao theo DIN EN ISO 1856 (50%, 22 h, 23°C) ngày 1 tháng 1 năm 2008. Độ nảy cao hơn nhiều so với độ nảy khuôn được tạo ra từ hạt xốp trương nở đã biết trong tài liệu (JP 2004 143269).

Các khuôn này còn có giá trị độ bền kéo tốt và giá trị độ bền nén tốt, biến dạng dư khi nén thấp thỏa đáng, và khả năng chịu sự thay đổi nhiệt độ chấp nhận được và do đó, chúng có thể được sử dụng cho các ứng dụng phù hợp trong lĩnh vực thể thao và giải trí, trong công nghiệp đóng gói hoặc công nghiệp ô tô, hoặc các ứng dụng kỹ thuật khác. Cụ thể hơn, các khuôn này, vì độ nảy cao, thích hợp cho các lớp phủ sàn ngăn chuồng, ví dụ nệm chuồng bò, hoặc sàn thể thao hoặc, ví dụ, đế giày cho giày thể thao.

Các ví dụ sau minh họa, nhưng không giới hạn, sáng chế:

Ví dụ thực hiện sáng chế

I. Polyeste được sử dụng ở dạng hạt:

Polyeste béo-thơm được liệt kê trong bảng 1 được sử dụng trong các ví dụ của sáng chế.

Vật liệu được sử dụng:

Polyeste A:

Polyeste được tạo ra bằng cách trộn 87,3kg dimetyl terephthalat, 80,3kg axit adipic, 117kg 1,4-butandiol, và 0,2kg glyxerol cùng với 0,028kg tetrabutyl orthotitanat (TBOT), tỷ lệ mol giữa thành phần rượu và thành phần axit ở đây là 1,30. Gia nhiệt hỗn hợp phản ứng đến nhiệt độ 180°C, và cho phản ứng trong 6 giờ ở nhiệt độ này. Nhiệt độ sau đó được tăng đến 240°C, và hợp chất dihydroxy dư được loại bỏ bằng

cách chung cất trong chân không trong khoảng thời gian 3 giờ. 0,9kg hexametylen diisoxyanat sau đó được đông từ từ vào trong hỗn hợp ở 240°C trong 1 giờ.

Điểm nóng chảy của Polyeste A thu được là 119°C, khối lượng mol của nó (Mn) là 23.000 g/mol, và MVR của nó (ở 190°C; 2,16kg) là 3,3 g/10 phút.

Polyeste A này được tạo hạt trong máy ép đùn với kiểu tạo hạt dưới nước (UWP) để thu được hạt có trọng lượng (trung bình cộng) 40mg (A1) và 10mg (A2).

Polyeste B:

Polyeste A được trộn với 0,1% trọng lượng, dựa trên polyeste, bột talc (Micro Talc IT Extra) từ Mondo Minerals B.V., và được trộn trong máy ép đùn, và UWP được tạo ra có trọng lượng hạt trung bình (trung bình cộng) là 10mg.

Polyeste C:

Quy trình sản xuất polyeste C là giống với polyeste A ngoại trừ 0,5kg hexametylen diisoxyanat.

MVR (ở 190°C; 2,16 kg) của polyeste C thu được là 8,8 g/10 phút.

Bảng 1:

Polyeste	Loại hạt	Trọng lượng hạt trung bình (khoảng) [mg]	Điểm nóng chảy (DSC) [°C]	MVR ISO 1133 (190°C; 2,16 kg) [cm ³ /10 phút]	Độ cứng bờ DIN EN ISO 868
A1	UWP	40 (38 – 43)	115 - 125	2,5 - 5,0	D32
A2	UWP	10 (9 – 11)	115 -125	2,5 - 5,0	D32
B	UWP	10 (9 – 11)	115 -125	2,5 - 5,0	D32
C	UWP	40 (38 – 43)	115 - 125	8,3 – 13,8	D32

II. Mô tả thử nghiệm chung của các bước (i) đến (iii) của quy trình theo sáng chế:

Các thử nghiệm được thực hiện với mức độ điền đầy thùng là 80%.

Ví dụ 1-13, và C1-C2 với tỷ lệ pha 0,34

100 phần trọng lượng (tương ứng với 26,9% trọng lượng, tính trên toàn bộ huyền phù không có chất trợ nở) hạt polyeste, 265 phần trọng lượng (tương ứng với 71,3% trọng lượng, tính trên toàn bộ huyền phù không có chất trợ nở) nước, 6,7 phần trọng lượng canxi cacbonat, 0,13 phần trọng lượng chất hoạt tính bề mặt, và lượng tương ứng của chất trợ nở (tính trên lượng hạt được sử dụng) được gia nhiệt đến nhiệt độ ngâm tẩm (IMT), có khuấy. Ở nhiệt độ 50°C, trong pha lỏng, nito sau đó được phun bổ sung làm một phần của chất đồng trợ nở, và nội áp suất được điều chỉnh đến áp suất đã được xác định trước (ví dụ, 0,8 MPa (8 bar) hoặc 1,4 MPa (14 bar)). Áp suất cuối cùng chính xác được thiết lập với nito trong pha khí có thể được tìm thấy trong bảng 2. Không có con số áp suất có nghĩa là không có nito bổ sung được phun vào ở thử nghiệm này.

Khi đạt đến IMT và IMP tương ứng (áp suất ngâm tẩm), và sau khi tuân thủ thời gian lưu, sau đó thực hiện khử áp bằng thiết bị khử áp và, trong khoảng thời gian này, bước làm mát được thực hiện với tổng cộng 350 phần trọng lượng nước lạnh ở 26°C làm chất làm mát qua ba vòi phun được sắp xếp thành vòng.

Ví dụ 14 có tỷ lệ pha 0,74

100 phần trọng lượng (tương ứng với 41,2% trọng lượng, tính trên toàn bộ huyền phù không có chất trợ nở) của hạt polyeste, 136 phần trọng lượng (tương ứng với 56,0% trọng lượng, tính trên toàn bộ huyền phù không có chất trợ nở) nước, 6,7 phần trọng lượng canxi cacbonat, 0,13 phần trọng lượng chất hoạt tính bề mặt, và lượng tương ứng của chất trợ nở (tính trên lượng hạt được sử dụng) được gia nhiệt đến nhiệt độ ngâm tẩm (IMT), có khuấy. Nito cũng được phun vào trong pha lỏng ở 50°C, và nội áp suất được điều chỉnh đến áp suất được xác định trước đó là 0,8 MPa (8 bar).

Để đạt đến IMT và IMP tương ứng, và sau khi tuân thủ thời gian lưu, việc khử áp sau đó được thực hiện bằng thiết bị khử áp và, trong khoảng thời gian này, bước làm mát được thực hiện với tổng cộng 350 phần trọng lượng nước lạnh ở 26°C làm chất làm mát qua ba vòi phun được sắp xếp thành vòng.

Ví dụ so sánh 3

Ví dụ so sánh 3 được thực hiện như ví dụ 1 đến 13 và C1-C2, ngoại trừ là quá

trình hoạt động được thực hiện không có làm mát bằng nước lạnh bổ sung (bước làm mát).

Bảng 2 liệt kê các thông số sản xuất chính xác của ví dụ 1 đến 14 và C1, C2 theo sáng chế, và ví dụ so sánh C3, và cả các tính chất của hạt xốp thu được S.

III. Sản xuất khuôn:

Khuôn được sản xuất bằng máy đúc khuôn EPP có bán trên thị trường (K68 từ Kurtz GmbH). Khối thử nghiệm hình lập phương có các độ dày khác nhau được sản xuất bằng khuôn có kích thước 315x210x25 mm và 300*200*60 mm. Khuôn có độ dày 60mm được tạo ra bằng quy trình điền đầy bằng áp lực; khuôn có độ dày 25mm được tạo ra bằng quy trình điền đầy vết nứt.

Sau khi tạo ra, khuôn được bảo quản ở 60°C trong 16 giờ.

Bảng 3 liệt kê kết quả thử nghiệm trên khuôn.

Phương pháp thử nghiệm:

Mật độ khối:

Việc xác định được thực hiện theo DIN EN ISO 60: 2000-1. Việc này bao gồm đưa hạt xốp có sự hỗ trợ của phễu có hình dạng cố định (được đổ đầy hoàn toàn nguyên liệu khối) vào ống trụ đo đã biết thể tích, bỏ nguyên liệu khối dư khỏi ống trụ đo bằng que có mép thẳng và xác định lượng bên trong ống trụ đo bằng cách cân.

Phễu được sử dụng cao 40cm và có góc mở là 35° và đầu ra có đường kính 50mm. Ống trụ đo có đường kính trong 188mm và thể tích 10 l.

Mật độ khối (SD) được tính toán từ khối lượng của đệm [kg] / 0,01 [m³].

Mật độ khối được ghi lại là giá trị trung bình của 3 lần đo theo kg/m³.

DSC:

Phương pháp theo ISO 11357-3 (German version of January 4, 2013) sử dụng Q100 DSC từ TA Instruments.

Để xác định điểm nóng chảy của polyeste được sử dụng ở dạng hạt, từ 3 đến 5mg được gia nhiệt ở lần chạy thứ nhất ở nhiệt độ từ 20°C đến 200°C ở tốc độ gia nhiệt là 20°C/phút, và sau đó làm mát đến 20°C ở 10°C/phút, và sau đó thực hiện chu

kỳ gia nhiệt tiếp theo (chạy lần 2) có tốc độ gia nhiệt là 10°C/phút.

Nhiệt độ của phần tối đa pic trong lần chạy thứ 2 được chỉ ra là điểm nóng chảy.

Để mô tả đặc trưng cấu trúc tinh thể của hạt xốp trương nở, 3 đến 5mg được gia nhiệt ở nhiệt độ từ 20°C đến 200°C ở tốc độ gia nhiệt 20°C/phút, và dòng nhiệt thu được được xác định.

Chất lượng ngâm tẩm

Chất lượng ngâm tẩm được xác định theo thang đo cấp độ:

- không đạt yêu cầu
- o chấp nhận được
- + tốt

Chất lượng ngâm tẩm được đánh giá bằng ba tiêu chuẩn sau:

- tính đồng nhất của mẻ (phân bố kích thước hạt PSD)
- chất lượng của bề mặt hạt
- cấu trúc ô của hạt.

Mỗi tiêu chuẩn được phân loại theo thang đo cấp độ nêu trên. Cấp độ tổng đối với chất lượng ngâm tẩm là cấp độ riêng tồi nhất.

Tiêu chuẩn tính đồng nhất của mẻ:

Mẻ hạt xốp là từ vật liệu chưa tạo bọt xốp hoặc được tạo bọt xốp chưa hoàn toàn với rây có kích thước lỗ $M = PD \times 1,25$ trong đó PD trong trường hợp tạo hạt dưới nước tương ứng với đường kính hạt trung bình và trong trường hợp sợi được tạo hạt đến đường kính dài hơn của mặt cắt elip hoặc tròn. Trong trường hợp độ đồng nhất không đủ, phần thải bỏ qua rây nhiều hơn 15%, nghĩa là phân đoạn tốt (năng suất) $< 85\%$. Trong trường hợp độ đồng nhất chấp nhận được, phần thải bỏ qua rây là từ 5% đến 15%, và trong trường hợp độ đồng nhất tốt, phần thải bỏ qua rây là $< 5\%$, nghĩa là năng suất là lớn hơn 95%.

Tiêu chuẩn chất lượng bề mặt hạt:

Trong trường hợp bề mặt hạt không thích hợp, hạt bị xẹp hoàn toàn. Trong trường hợp bề mặt hạt chấp nhận được, bề mặt hạt là thô và mờ. Trong trường hợp bề mặt hạt tốt, hạt đầy đặn và bề mặt sáng và mịn.

Tiêu chuẩn cấu trúc ô của hạt:

Trong trường hợp cấu trúc ô không phù hợp, vật liệu kết chặt xuất hiện ở trung tâm, nhưng đôi khi ở viền ngoài, của hạt xốp hoặc, toàn bộ thể tích của hạt xốp, sẽ có các ô (ngay cả khi chỉ rất ít) có mặt với độ dày thành ô $> 500\mu\text{m}$.

Cấu trúc ô chấp nhận được có nghĩa là sự ngấm tẩm hoàn toàn hạt polyme (cấu trúc ô trên toàn bộ thể tích của hạt xốp không có lõi đặc, và độ dày của thành ô ở tâm là từ $150\mu\text{m}$ đến $500\mu\text{m}$). Lớp có độ dày $< 500\mu\text{m}$ ở vỏ ngoài của hạt xốp là dạng ô nhỏ đến đặc.

Khi cấu trúc ô là tốt, độ dày của thành ô ở tâm là nhỏ hơn $100\mu\text{m}$. Lớp có độ dày $< 500\mu\text{m}$ ở vỏ ngoài của hạt xốp là dạng ô nhỏ đến đặc.

Hệ số ô kín

Tỷ lệ thể tích của ô kín được xác định bằng phương pháp dựa trên DIN EN ISO 4590 ngày 8 tháng 1 năm 2003.

Mật độ ô trung bình

Cấu trúc bọt xốp được đánh giá thông qua phân tích hình ảnh quang học sử dụng PORE!SCAN Advanced Plus từ Goldlücke Ingenieurleistungen. Để làm điều này, trong mỗi trường hợp, 10 hạt xốp được chia đôi và trong mỗi trường hợp một mặt cắt được đo. Trong trường hợp hạt xốp không phải là hình cầu, mà là ví dụ hình dài, hình trụ, hoặc hình elip, tiến hành việc chia theo hướng kích thước dài nhất.

Mật độ ô trung bình là tỷ lệ của số ô trên mặt cắt với diện tích mặt cắt và được biểu diễn theo đơn vị $1/\text{mm}^2$.

Giá trị được phân bổ vào hệ thống phân loại:

Phân loại	mật độ ô trung bình [$1/\text{mm}^2$]
Cấu trúc ô mịn F	> 100
Cấu trúc ô bình thường N	$10 - 100$
Cấu trúc ô thô G	< 10

Mức độ nén DC

Mức độ nén DC là tỷ lệ của tỷ trọng khuôn (tỷ trọng M) với mật độ khối (BD).
 $DC = \text{tỷ trọng } M [\text{kg}/\text{m}^3] / \text{BD} [\text{kg}/\text{m}^3]$.

Biến dạng dư khi nén (Compression set, CS)

Biến dạng dư khi nén được xác định bằng phương pháp dựa trên DIN EN ISO 1856, Method C. Sau khi lấy mẫu thử ra khỏi thiết bị thử nghiệm và thu hồi mẫu thử, để qua 24 h trước khi đo độ dày.

Sự già hóa do nhiệt

Mẫu thử (180 x 60 x 40 mm) được đặt vào lò đã được gia nhiệt trước tới nhiệt độ già hóa thích hợp (100°C) và được già hóa ở nhiệt độ này trong 240 giờ. Đánh giá bề mặt/mép như sau:

Bề mặt và mép của mẫu thử được đánh giá mỗi 24 giờ trong thời gian già hóa theo thang đo cấp độ. Để thực hiện, các mẫu thử được lấy ra khỏi lò.

Đánh giá	Cấp độ
không thay đổi	1
sự mài mòn mép	2
sự phân rã mép	3
sự phân rã mép cộng với hư tổn bề mặt đến độ sâu 0 đến 5 mm	4
sự phân rã mép cộng với hư tổn bề mặt đến độ sâu 5 đến 10 mm	5
Mẫu phân rã dưới áp lực nhẹ từ ngón tay cái	6

Sau khi sự già hóa do nhiệt chấm dứt, mẫu thử được lấy cẩn thận ra khỏi lò và bảo quản trong 24 giờ ở nhiệt độ trong phòng dưới các điều kiện của môi trường trong nhà, và sự thay đổi kích thước sau đó được đo bằng thước kẹp.

Sự thay đổi kích thước (dài, rộng và cao) được tính toán từ công thức sau:

$$\text{DIMC} = [(L_0 - L_1) / L_0] \times 100$$

DIMC = tỷ lệ thay đổi kích thước theo %

L_0 = kích thước ban đầu

L_1 = kích thước sau khi có sự già hóa do nhiệt

Khả năng chịu nhiệt chấp nhận được (OK) nếu bề mặt và các mép không thay đổi và tỷ lệ thay đổi kích thước trung bình theo chiều dài, rộng và cao là $< 10\%$.

Bảng 2:

Ví dụ	Poly-este	Chất trợ nở [%]	Nồng độ chất trợ nở [%]	Phun N ₂ ở 50°C đến nội áp suất [bar]	Thời gian lưu (nằm trong khoảng từ IMT-5°C đến IMT+2°C) [phút]	IMT [°C]	SD [kg/m ³]	Chất lượng ngâm tẩm [cấp độ]	Hệ số ô kín [%]	Phân loại mật độ ô trung bình	DSC Σ dòng nhiệt [J/g]
1	A1	butan	24	8	21	110	90	+	>95	N	11,6
2	A1	butan	24	8	33	109	75	+	>95	N	14,7
3	A1	butan	24	14	36	110	66	+	>95	N	18,5
4	A1	butan	18	8	36	110	70	+	>95	N	10,1
5	A1	butan	12	8	28	110	75	+	>95	N	14,3
6	A1	CO ₂	10	-	11	111	164	+	>95	N	12,5
7	A1	CO ₂	10	5	7	111	122	+	>95	N	13,0
8	A2	butan	24	8	16	108	90	+	>95	N	9,2
9	A2	butan	24	8	21	109	55	+	>95	N	11,7
10	B	butan	24	8	19	105	90	+	>95	F	14,4
11	B	butan	24	8	17	108	50	+	>95	F	11,9
12	C	butan	24	8	38	110	68	+	>95	N	11,1

13	B	butan	24	-	18	105	96	+	>95	F	9,8
14	A1	butan	24	8	39	110	66	+	>95	G	10,9
C1	A1	butan	24	8	3	110	> 300	-	n.a	n.a.	n.a.
C2	A2	butan	24	8	3	108	> 300	-	n.a.	n.a.	n.a.
C3	A1	butan	24	8	33	109	67	-	>95	N	11,3

n.a. không có hoặc hiếm khi có sự tương nở bất kỳ của các đơn vị hạt; thử nghiệm không áp dụng được hoặc vô nghĩa

Bảng 3:

Khuôn	Hạt xốp (bảng 2)	DC	Tỷ trọng khuôn DIN EN ISO 845 (10.01.2009) [kg/m ³]	Độ bền kéo DIN EN ISO 1798 (04.01.2008) [kPa]	Biến dạng kéo khi đứt gãy DIN EN ISO 1798 (04.01.2008) [%]	Độ đàn hồi này DIN EN ISO 8307 (03.01.2008) [%]	Biến dạng dư khi nén DIN EN ISO 1856 (50%, 22 h, 23°C) (01.01.2008) [%]	Sự già hóa do nhiệt (240 h/100°C)
FT-1	Ví dụ 1	2,4	215	950	80	62	-	OK
FT-2	Ví dụ 1	1,8	160	645	110	63	6,9	OK
FT-3	Ví dụ 3	1,4	107	350	140	64	12,6	OK

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất hạt xốp trương nở từ các hạt chứa ít nhất một polyeste có khả năng phân hủy sinh học gồm:

A1) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit suxinic, axit adipic, hoặc axit sebaxic hoặc hỗn hợp của chúng,

A2) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit terephthalic,

B) 98,5 đến 100% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), 1,4-butandiol hoặc 1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng; và

C) 0,05% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên các thành phần A1) đến A2) và B, một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

C1) hợp chất có ít nhất ba nhóm có khả năng tạo thành este,

C2) isoxyanat hai hoặc nhiều chức,

C3) epoxit hai hoặc nhiều chức;

gồm các bước sau:

(i) tạo ra huyền phù chứa các hạt có trọng lượng hạt trung bình cộng là từ 10 đến 60 mg/hạt trong môi trường huyền phù,

(ii) tẩm hạt có mặt trong huyền phù từ bước (i) với ít nhất một chất trợ nở vật lý, để thu được hạt thấm đẫm chất trợ nở trong huyền phù, bằng cách gia nhiệt hỗn hợp đến nhiệt độ ngâm tẩm (IMT) khử áp, có khuấy, và

(iii) khử áp huyền phù thu được trong bước (ii) sau khi hết thời gian lưu và làm mát huyền phù đã khử áp bằng chất làm mát dạng nước lỏng, để thu được hạt xốp trương nở,

bao gồm việc xử lý trong môi trường huyền phù nước, bổ sung chất trợ nở trong bước (i) hoặc trong bước (ii) trong suốt giai đoạn gia nhiệt hoặc ngay sau giai đoạn gia nhiệt, và trong bước (ii), sau khi gia nhiệt, giữ huyền phù ở nhiệt độ trong khoảng từ nhiệt độ IMT trừ 5°C đến nhiệt độ IMT cộng 2°C trong thời gian từ 3 đến 100 phút, và trong đó tỷ lệ của chất làm mát với môi trường huyền phù ít nhất là 0,3.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó huyền phù, sau khi gia nhiệt, được giữ ở nhiệt độ

trong khoảng từ nhiệt độ từ IMT trừ 5°C đến nhiệt độ IMT cộng 2°C trong thời gian từ 21 đến 50 phút, và IMT nằm trong khoảng từ 100 đến 120°C.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ít nhất một chất trợ nở vật lý được chọn từ nhóm gồm n-butan, isobutan và CO₂ được sử dụng.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó từ 0,02% đến 0,2% trọng lượng, dựa trên polyeste phân hủy sinh học, đá talc được sử dụng làm chất tạo hạt nhân.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó áp suất khí trên huyền phù được tăng 0,2 đến 1,5 MPa (2 đến 15 bar) trong bước (ii) bằng cách phun nitơ ở nhiệt độ bắt đầu thấp hơn điểm nóng chảy của polyeste, được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai theo ISO 11357-3 ngày 1 tháng 4 năm 2013.

6. Hạt xốp trương nở chứa ít nhất một polyeste có khả năng phân hủy sinh học gồm:

A1) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit suxinic, axit adipic, hoặc axit sebaxic hoặc hỗn hợp của chúng,

A2) 40 đến 60% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), axit terephthalic,

B) 98,5 đến 100% mol, dựa trên các thành phần A1) đến A2), 1,4-butandiol hoặc 1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng; và

C) 0,05% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên các thành phần A1) đến A2) và B, một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

C1) hợp chất có ít nhất ba nhóm có khả năng tạo thành este,

C2) isoxyanat hai hoặc nhiều chức,

C3) epoxit hai hoặc nhiều chức;

có trọng lượng hạt trung bình cộng là từ 10 đến 60 mg/hạt và mật độ khối từ 5 đến 150 kg/m³, thu được nhờ quy trình theo điểm 1.

7. Quy trình sản xuất khuôn, trong đó hạt xốp trương nở theo điểm 6 được tạo bột xốp trong khuôn.

8. Khuôn thu được nhờ quy trình theo điểm 7, có độ nảy được đo theo DIN EN ISO 8307 ngày 1 tháng 3 năm 2008 là lớn hơn 50%.

Fig. 1. Ví dụ về phép đo nhiệt lượng quét vi sai của hạt xốp

