



(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)



1-0037669

(51)⁷ C08G 18/38; C08G 18/22; C08G 18/32; (13) B
C08G 18/40; C08G 18/42; C09J 175/08;
C08G 18/48; C08G 18/66; C08J 3/03;
C09D 175/06; C09D 175/08; C09J
175/06; C08G 18/12; C08G 18/44

(21) 1-2019-04152

(22) 30/12/2016

(86) PCT/CN2016/113585 30/12/2016

(87) WO 2018/120055 05/07/2018

(30) 201611240230.0 29/12/2016 CN

(45) 27/11/2023 428

(43) 30/01/2020 382A

(73) 1. WANHUA CHEMICAL GROUP CO., LTD. (CN)

No.17, Tianshan Rd Yeda Yantai, Shandong 264000, China

2. WANHUA CHEMICAL (GUANGDONG) CO., LTD. (CN)

Room 119, West Side 1st Floor Of Management Center In Nanshui New Rural Industrial Park North Of West Nangang Road, Zhuhai Gaolangang Port Zhuhai, Guangdong 519050, China

(72) JI, Xueshun (CN); JIN, Yunquan (CN); ZHOU, Tianwen (CN); ZHAO, Weiguo (CN); WANG, Haimei (CN); LIU, Yunling (CN); WANG, Zhen (CN); ZHANG, Bin (CN); CAO, Yuyang (CN); SUN, Jiakuan (CN).

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

(54) HỆ PHÂN TÁN TRONG NƯỚC CỦA POLYURETAN HOẶC POLYURETAN-URE VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHÚNG

(57) Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure có thể tự liên kết ngang và phương pháp điều chế chúng. Mạch bên của polyuretan hoặc polyuretan-ure chứa siloxy không bị án ngữ không gian. Trong quá trình sấy và hoạt hóa hệ phân tán trong nước, nhóm siloxy ở mạch bên được thủy phân và liên kết ngang với nhau để tăng tỉ trọng liên kết ngang, cải thiện đáng kể độ chịu nhiệt, độ chịu ẩm, và các tính chất khác của chất dính thu được từ đó. Hệ phân tán trong nước bản thân nó có độ ổn định tốt. Ngoài ra, hệ ứng dụng trên cơ sở đó có độ ổn định tốt và thời gian lưu giữ dài. Hệ phân tán trong nước thích hợp để điều chế sơn và chất bịt kín, đặc biệt là chất dính chất lượng cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure có thể tự liên kết ngang, phương pháp điều chế và sử dụng chúng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure đã được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực sơn, chất bịt kín, và chất dính vì chúng có tính chải được tốt, độ dính chưa khô ban đầu và độ bền tróc tốt, và độ chịu nổi bật. Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure nhìn chung yêu cầu được hoạt hóa trước khi được sử dụng trong chất dính. Sự hoạt hóa có nghĩa là sau khi hệ phân tán trong nước được phủ lên nền, nước được lấy ra bằng cách gia nhiệt, trong lúc đó, ở nhiệt độ gia nhiệt, hoạt tính của phân đoạn polyuretan tăng, và polyuretan hoặc polyuretan-ure được chuyển hóa thành trạng thái nhớt đàn hồi. Sau đó quá trình như sự bám dính sau đó được thực hiện.

Để cải thiện tính chất của chất dính polyuretan, US4870129 bộc lộ việc đưa hydroxy vào hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure và sau đó hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure này được sử dụng để được ghép với isoxyanat để tăng tỉ trọng liên kết ngang bằng phản ứng của isoxyanat với hydroxy, và tăng đáng kể độ bền dính và độ chịu nhiệt. Tuy nhiên, theo cách này, isoxyanat phản ứng với nước trước trong quá trình điều chế vật liệu, sơn, v.v., dẫn đến thời gian thi công chất dính ngắn hơn (nhìn chung vài giờ).

Các patent DE19954500, DE4410557 hoặc EP792908 đề xuất đưa carboxyl vào hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure và sau đó hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure này được ghép với carbodiimit để cải thiện tính chất dính, chủ yếu là, bằng cách sử dụng phản ứng giữa axit carboxylic và carbodiimit, tỉ trọng liên kết ngang tăng, và độ bền của chất dính tăng. Trong các patent này, carboxyl thu được bằng cách bổ sung axit dimetylolpropion vào polyuretan hoặc polyuretan-ure và sau đó trung hòa bằng amin bậc ba. Tuy nhiên, hoạt tính phản ứng của carboxyl với carbodiimit trong loại sơ đồ hóa hợp này của chất dính thấp, và

tính chất cuối nhìn chung không đủ để đáp ứng các yêu cầu về độ chịu nhiệt của chất dính.

US5066705 mô tả quá trình điều chế sơn gốc nước chịu được thời tiết cho nền nhựa sử dụng polyme chứa carboxyl, polyuretan chứa carboxyl và polycarbodiimit. Tuy nhiên, polyme và polyuretan chứa carboxyl được sử dụng theo patent này tất cả có giá trị axit rất cao, có thể khiến lớp phủ cuối có độ ưa nước cao, rất có khả năng bị ảnh hưởng bởi nước hoặc các chất khác, đặc tính giảm, và thời gian sử dụng dịch vụ bị rút ngắn. Ngoài ra, carboxyl của polyuretan theo patent này được đưa vào bằng cách sử dụng axit dimethylolpropion hoặc polyeste chứa carboxyl, và carboxyl thu được bằng hai phương pháp đưa vào tất cả đều có chương ngại vật lớn hơn và hoạt tính phản ứng thấp hơn với carbodiimit, tỉ trọng liên kết ngang của lớp phủ cuối không cao, và sự cải thiện hiệu suất không đáng chú ý.

EP1272588 mô tả composit dính chứa ít nhất là hệ phân tán polyeste-polyuretan tinh thể, polyacrylat copolyme, hệ phân tán polyclopren, nhựa có khả năng đóng chất rắn nhờ nhiệt và chất ổn định (rượu amino, carbodiimit và magie oxit), trong đó chất ổn định được sử dụng có chức năng ức chế quá trình thủy phân polyeste trong hệ và duy trì độ ổn định của hệ. Tuy nhiên, hệ nhiều thành phần này tốn kém và mất hiệu quả nhanh, điều này hạn chế nghiêm trọng việc sử dụng hệ trong cuộc sống thực tế.

CN102216359 mô tả hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure chứa carboxyl đầu tận thu được bằng cách bổ sung axit monoaminocarboxylic hoặc axit monohydroxycarboxylic trong quá trình tổng hợp và sau đó được ghép với carbodiimit để điều chế chất dính. Carboxyl đầu tận có thể nhanh chóng liên kết ngang với carbodiimit do hoạt tính cao của carboxyl, theo đó hiệu suất phủ được cải thiện đáng kể. Tuy nhiên, axit carboxylic ảnh hưởng đến độ ổn định của hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure, trong khi carbodiimit bản thân nó không ổn định, các điều này không có lợi để lưu giữ hệ.

CN101381451 mô tả hệ phân tán polyuretan trong nước có thể tự liên kết ngang thu được bằng cách bổ sung siloxan bị án ngữ không gian. Mặc dù việc bổ sung kết cấu siloxan bị án ngữ không gian có thể đảm bảo sự lưu giữ hệ phân tán tự liên kết ngang ổn định, việc bổ sung này cũng sẽ khiến phản ứng liên kết ngang trong khi sử dụng hệ phân tán này quá chậm để thiết lập tính chất mong muốn. Đồng thời, patent

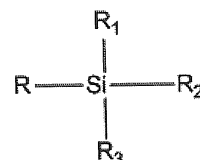
này cũng thể hiện rằng hệ phân tán được điều chế sử dụng monome liên kết ngang siloxan không bị án ngữ không gian chứa metoxyl hoặc etoxyl v.v. không có tính chất tự liên kết ngang vì hệ phân tán này không thể được lưu giữ trong khi chúng ổn định.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo quan điểm của vấn đề của tình trạng kỹ thuật mô tả trên, mục đích của sáng chế là đề xuất hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure có thể tự liên kết ngang, phương pháp điều chế và sử dụng chúng. Mạch bên của polyuretan hoặc polyuretan-ure theo sáng chế chứa nhóm siloxy không bị án ngữ không gian. Trong khi sấy và hoạt hóa hệ phân tán trong nước, siloxy trong mạch bên được thủy phân và liên kết ngang với nhau. Hệ phân tán trong nước bản thân nó có hiệu suất tự liên kết ngang tốt và độ ổn định tốt.

Để đạt được khía cạnh của mục đích trên, sáng chế thông qua các giải pháp kỹ thuật sau đây:

hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure, trong đó hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure là sản phẩm phản ứng thu được bằng cách tạo phản ứng chế phẩm chứa các thành phần sau đây:



a) ít nhất một thành phần siloxan có công thức chung $\begin{array}{c} R_1 \\ | \\ R - Si - R_2 \\ | \\ R_3 \end{array}$, trong đó nhóm R chứa ít nhất hai nhóm phản ứng NCO, trong khi ít nhất hai nhóm R_1 , R_2 và R_3 là metoxyl và/hoặc etoxyl, phần còn lại của nhóm R_1 , R_2 và R_3 là alkyl;

b) ít nhất một thành phần polyol có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4;

c) ít nhất một thành phần polyisoxyanat;

d) ít nhất một thành phần hợp chất ưa nước, nhóm ưa nước của hợp chất ưa nước chứa một hoặc hai nhóm ion và nhóm ion tiềm năng, hợp chất ưa nước chứa 2-3 nhóm phản ứng NCO;

e) ít nhất một thành phần hợp chất ưa nước không phân ly đơn chức, hoạt tính NCO; và

f) tùy ý, hợp chất chứa 1-3 amino và/hoặc hydroxy trong phân tử, trong đó số

lượng amino không ít hơn 1;

g) tùy ý, các hợp chất hoạt tính isoxyanat khác.

Theo sáng chế, trên cơ sở tổng khối lượng chế phẩm, thành phần a) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,02-5% khối lượng, tốt hơn là 0,2-2,5% khối lượng, như 1% khối lượng hoặc 2% khối lượng; thành phần b) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 30-94% khối lượng, tốt hơn là 70-90% khối lượng, như 50% khối lượng hoặc 80% khối lượng; thành phần c) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 5-40% khối lượng, tốt hơn là 8-20% khối lượng, như 10% khối lượng, 15% khối lượng hoặc 30% khối lượng; thành phần d) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,2-10% khối lượng, tốt hơn là 1-5% khối lượng, như 3% khối lượng hoặc 8% khối lượng; thành phần e) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,01-10% khối lượng, tốt hơn là 0,5-3% khối lượng, như 1,5% khối lượng hoặc 5% khối lượng; thành phần f) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0-10% khối lượng, tốt hơn là 0,5-3% khối lượng, như 1% khối lượng, 2% khối lượng hoặc 5% khối lượng, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực hiểu rằng khi lượng thành phần f) bằng không, có nghĩa là thành phần này không được bao gồm trong chế phẩm; thành phần g) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0-15% khối lượng, tốt hơn là 1-8% khối lượng, như 2% khối lượng, 5% khối lượng hoặc 10% khối lượng, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực hiểu rằng khi lượng thành phần g) bằng không, có nghĩa là thành phần này không được bao gồm trong chế phẩm.

Theo sáng chế, thành phần a), tức là, thành phần siloxan có thể bổ sung siloxy vào mạch bên của polyuretan hoặc polyuretan-ure, các nhóm này có ít nhất hai nhóm chức hoạt tính NCO. Nhóm chức hoạt tính NCO tốt hơn là được chọn từ một hoặc nhiều hydroxy, amino bậc 1 và amino bậc 2; tốt hơn nữa là amino bậc 1 và/hoặc amino bậc 2. Ví dụ thích hợp của thành phần a) bao gồm nhưng không giới hạn ở N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan, N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltriethoxysilan và N-(β-aminoethyl)-γ-aminopropylmetyldimetoxysilan và v.v.

Theo sáng chế, thành phần b) tốt hơn là polyol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 20-15000, tốt hơn nữa là một hoặc nhiều diol, triol và tetraol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 80-5000; tốt hơn nữa là một hoặc

nhiều polyeste polyol như polycacbonat polyol, polylacton polyol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 500-5000 và độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 3 và rượu phân tử nhỏ có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 80-400 và độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4.

Polyeste polyol thích hợp có thể là polyeste diol mạch thẳng và/hoặc polyeste diol vi nhánh (polyeste diol vi nhánh cũng có thể chứa lượng nhỏ, ví dụ nhỏ hơn 1% khối lượng polyeste polyol với độ chức lớn hơn 3). Polyeste polyol, ví dụ, có thể thu được bằng cách ngưng tụ khử nước của axit carboxylic và/hoặc anhydrit axit như axit béo, xycloaliphatic, dicarboxylic thơm, hoặc axit polycarboxylic hoặc anhydrit axit tương ứng của nó với polyol theo cách được biết đến. Ví dụ axit cacboxylic hoặc anhydrit axit để ngưng tụ khử nước bao gồm, nhưng không giới hạn ở axit succinic, axit methyl succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit nonan dicarboxylic, axit decan dicarboxylic, axit terephthalic, axit isophthalic, axit phthalic, axit tetrahydrophthalic, axit hexahydrophthalic, axit xyclohexan dicarboxylic, axit maleic, axit fumaric, axit malonic, axit trimellitic, phthalic anhydrit, trimellitic anhydrit, succinic anhydrit hoặc hỗn hợp của chúng; polyol để ngưng tụ khử nước tốt hơn là polyol khối lượng phân tử thấp (ví dụ polyol có khối lượng phân tử không lớn hơn 400), ví dụ của polyol này bao gồm, nhưng không giới hạn ở etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, tetraetylen glycol, 1,2-propandiol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, tetrapropylen glycol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,3-butandiol, 2,3-butandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 2,2-dimetyl-1,3-propandiol, 1,4-dihydroxycyclohexan, 1,4-dimetylolxylohexan, 1,8-octandiol, 1,10-decandiol, 1,12-dodecandiol hoặc hỗn hợp của chúng. Tùy ý, polyol có độ chức cao như trimetylolpropan, glyxerol hoặc pentaerythritol cũng có thể được bổ sung trong quá trình ngưng tụ khử nước mô tả ở trên. Hợp chất polyhydroxy thơm, vòng béo cũng thích hợp để được sử dụng làm polyol để điều chế polyeste polyol.

Tốt hơn là, polyeste polyol là polyeste polyol thu được bằng phản ứng ngưng tụ khử nước của một hoặc nhiều axit isophthalic, axit terephthalic và axit adipic với một hoặc nhiều neopentyl glycol, etylen glycol, butandiol và hexandiol.

Polyeste polyol cũng có thể là polyme đồng nhất hoặc copolyme của lacton, có thể thu được bằng phản ứng mở vòng của lacton hoặc hỗn hợp của lacton với polyol

hai nhóm chức khối lượng phân tử thấp thích hợp và/hoặc polyol chức cao, trong đó, lacton là butyrolacton, ϵ -caprolacton, metyl- ϵ -caprolacton hoặc hỗn hợp của chúng, polyol có thể là polyol khối lượng phân tử thấp là thành phần cấu trúc của polyeste polyol như mô tả ở trên. Tốt hơn là polyeste polyol mạch thẳng thu được bằng cách mở vòng ϵ -caprolacton bằng 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, 2,2-dimetyl-1,3-propandiol hoặc hỗn hợp của chúng.

Polycarbonat polyol hydroxy chứa hydroxy mà được điều chế bằng cách sử dụng diol và cacbonat cũng thích hợp để được sử dụng làm thành phần b), trong đó diol có thể là 1,4-butandiol hoặc 1,6-hexandiol, cacbonat có thể là diaryl cacbonat hoặc dialkyl cacbonat. Diaryl cacbonat có thể là diphenyl cacbonat, và dialkyl cacbonat có thể là dimetyl cacbonat; tốt hơn là, polycarbonat polyol là polycarbonat polyol được điều chế bằng phản ứng của 1,6-hexandiol và dimetyl cacbonat.

Rượu phân tử nhỏ có khối lượng phân tử nằm trong khoảng 80-400 trong thành phần b) theo sáng chế có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4, ví dụ của rượu phân tử nhỏ thích hợp bao gồm nhưng không giới hạn ở etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, tetraetylen glycol, 1,2-propandiol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, tetrapropylen glycol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,3-butandiol, 2,3-butandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 2,2-dimetyl-1,3-propandiol (NPG), 1,4-dihydroxycyclohexan, 1,4-dimetyloxycyclohexan, 1,8-octandiol, 1,10-decandiol, 1,12-dodecandiol, neopentyl glycol, 1,4-cyclohexandiol, 1,4-cyclohexandimetanol, 1,4-, 1,3-, 1,2-dihydroxybenzen hoặc 2,2-bis-(4-hydroxyphenyl)propan (bisphenol A), trimetylolpropan, glyxerin, pentaerythritol, dipentaerythritol hoặc hỗn hợp của chúng, tốt hơn là một hoặc nhiều 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol và trimetylolpropan.

Theo phương án khác, thành phần b) theo sáng chế tốt hơn là hỗn hợp của polyol tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 400-15000 và polyol không phải tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 400-15000, cụ thể là tốt hơn là hỗn hợp của diol tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 1000-4000 và diol không phải tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 1000-4000. Tốt hơn là diol không phải tinh thể là polycarbonat diol. Glycol tinh thể tốt hơn là copolyme của một hoặc hai 1,4-butandiol và 1,6-hexandiol với axit adipic. Polycarbonat diol tốt hơn là copolyme của một hoặc nhiều 1,4-butandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol và neopentyl glycol với dimetyl

cacbonat và/hoặc diethyl cacbonat. Tỷ lệ khối lượng của diol tinh thể với diol không phải tinh thể tốt hơn là 1-25:1, tốt hơn nữa là 5-10:1, ví dụ 2:1, 4:1, 8:1, 15:1 hoặc 20:1.

Thành phần c) polyisoxyanat theo sáng chế là hợp chất hữu cơ có ít nhất hai nhóm isoxyanat, tốt hơn là diisoxyanat $Y(NCO)_2$, trong đó Y là alkyl béo hóa trị hai có 4-12 nguyên tử cacbon, alkyl vòng béo hóa trị hai có 6-15 nguyên tử cacbon, alkyl thơm hóa trị hai có 6-15 nguyên tử cacbon hoặc alkyl béo thơm hóa trị hai có 7-15 nguyên tử cacbon. Diisoxyanat thích hợp có thể là tetrametylen diisoxyanat, methyl pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, dodecametylen diisoxyanat, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, 4,4'-dixyclohexylpropan diisoxyanat, 1,4-phenylen diisoxyanat, 2,4-toluen diisoxyanat, 2,6-toluen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 2,2'-và 2,4'-diphenylmetan diisoxyanat, tetrametyldimetylphenyl diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, p-isopropyliden diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án, diisoxyanat trong thành phần c) là diisoxyanat béo và/hoặc vòng béo, như hexametylen diisoxyanat, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat và 4,4'-dixyclohexylpropan diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng; tốt hơn nữa là, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat và 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng; còn tốt hơn là, hỗn hợp của hexametylen diisoxyanat và isophoron diisoxyanat, hoặc hỗn hợp của hexametylen diisoxyanat và 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, trong đó tỷ lệ khối lượng của hexametylen diisoxyanat với isophoron diisoxyanat là 1-50:1, tốt hơn là 3-10:1, ví dụ 2:1, 5:1 hoặc 20:1; tỷ lệ khối lượng của hexametylen diisoxyanat với 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat là 1-50:1, tốt hơn là 3-10:1, ví dụ 2:1, 5:1 hoặc 20:1.

Theo phương án khác, thành phần c) cũng có thể bao gồm lượng nhỏ (tốt hơn là không lớn hơn 10% khối lượng của tổng lượng thành phần c)) của polyisoxyanat có độ chức ít nhất 3 nhóm isoxyanat với mỗi phân tử và đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, polyisoxyanat được điều chế bằng cách điều biến diisoxyanat béo, xycloaliphatic, araliphatic và/hoặc thơm đơn giản, polyisoxyanat đã điều biến được tổng hợp từ ít nhất hai diisoxyanat (ví dụ với kết cấu của uretdion, isoxyanurat, carbamat, allophanat, biuret, carbodiimit, iminooxadiazinedion và/hoặc

oxadiazinetrión).

Theo sáng chế, nhóm ion tiềm năng trong thành phần d) đã được biết đến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực và dùng để chỉ nhóm chức có liên kết cộng hóa trị, bằng cách bổ sung chất trung hòa, nhóm được chuyển hóa dễ dàng thành muối tương ứng vì độ pH của dung dịch thay đổi. Theo sáng chế, nhóm ion tiềm năng được ưu tiên bao gồm nhóm axit mà là nhóm carboxyl ($-\text{COOH}$) và/hoặc sulfonic ($-\text{SO}_3\text{H}$); nhóm phản ứng NCO được ưu tiên là hydroxy và/hoặc amino.

Nhóm ion được ưu tiên là carboxylat ($-\text{COO}^-$) và/hoặc sulfonat ($-\text{SO}_3^-$).

Tốt hơn là, ví dụ của thành phần d) bao gồm, nhưng không giới hạn ở, một hoặc nhiều axit dihydroxycarboxylic, axit trihydroxycarboxylic, axit dihydroxyulfonic, axit trihydroxyulfonic, axit diaminoulfonic, axit triaminoulfonic, axit diaminocarboxylic, axit triaminocarboxylic và muối của chúng (muối kim loại kiềm, muối kim loại kiềm thổ và/hoặc muối amoni).

Cụ thể là tốt hơn là, thành phần d) là một hoặc nhiều axit được chọn từ nhóm bao gồm axit dimetylolpropion, axit dimetylolbutanoic, axit dimetylol axetic, axit dihydroxysuccinic, axit N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonic, axit N-(3-aminopropyl)-2-aminoetansulfonic, axit N-(3-aminopropyl)-3-aminopropansulfonic, axit N-(2-aminoetyl)-3-aminopropansulfonic và muối của chúng, và/hoặc một hoặc nhiều sản phẩm bổ sung Michael tạo ra bằng cách bổ sung một hoặc nhiều axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic và axit fumaric vào amin (ví dụ, isophorondiamin, butandiamin, etylendiamin hoặc 1,6-hexandiamin).

Nếu thành phần d) chứa nhóm ion tiềm năng, tốt hơn là, chất trung hòa có thể được bổ sung trước, trong hoặc sau khi bổ sung thành phần d) vào chế phẩm. Lượng chất trung hòa được bổ sung sao cho một phần hoặc tất cả các nhóm ion tiềm năng trở thành nhóm ion. Chất trung hòa thích hợp là, ví dụ, một hoặc nhiều amin bậc 1, amin bậc 2, amin bậc ba, hợp chất kim loại kiềm, và hợp chất kim loại kiềm thổ. Ví dụ của chất trung hòa thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, một hoặc nhiều amoniac, etanolamin, dietanolamin, trietanolamin, dimetyletanolamin, 2-amino-2-metyl-1-propanol, morpholin, N-metylmorpholin, dimetylisopropylamin, N-metyldietanolamin, trietylamin, dimetylcyclohexylamin, etyldiisopropylamin, natri

hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit và canxi hydroxit.

Nói chung, lượng chất trung hòa được bổ sung sao cho độ trung hòa ít nhất 50%, tốt hơn là ít nhất 75%, và không lớn hơn 150%, trên cơ sở tổng lượng mol của nhóm axit đã đưa vào. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rằng khi độ trung hòa vượt quá 100%, ngoài ra 100% nhóm axit được trung hòa và tạo ra nhóm ion, chất trung hòa tự do cũng có mặt. Cụ thể là độ trung hòa tốt hơn là nằm trong khoảng 95-110%, trong đó, độ trung hòa = (lượng nhóm axit được trung hòa + lượng chất trung hòa tự do) / tổng lượng nhóm axit đã đưa vào, trong công thức này, thuật ngữ "lượng" dùng để chỉ lượng mol, và khi lượng nhóm axit được trung hòa không lớn hơn tổng lượng nhóm axit đã đưa vào, lượng chất trung hòa tự do bằng không.

Tốt hơn nữa là, thành phần d) là N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonat và/hoặc dimetylolpropionat.

Thành phần e) theo sáng chế là thành phần hợp chất ưa nước không phân ly hoạt tính NCO, đơn chức, tốt hơn là polyoxyalkylen ete chứa hydroxy hoặc amino. Ví dụ của chất khởi đầu để điều chế polyoxyalkylen ete bao gồm, nhưng không giới hạn ở, rượu monohydric no, rượu không no, rượu thơm, rượu thơm-béo, monoamin bậc 2, và amin bậc 2 dị vòng, trong đó rượu monohydric no có thể là metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, isomeric pentanol, hexanol, octanol, nonanol, n-decanol, n-dodecanol, n-tetradecanol, n-hexadecanol, xyclohexanol, hoặc hydroxymetylxyclohexan; rượu không no có thể là rượu allyl, rượu 1,1-dimetyl-allyl hoặc rượu oleyl; rượu thơm có thể là phenol, isomeric cresol hoặc metylol phenol; rượu thơm-béo có thể là rượu benzyl, rượu anisyl hoặc rượu cinnamyl; monoamin bậc 2 có thể là dimetylamin, dietylamin, dipropylamin, diisopropylamin, di-n-butylamin, diisobutylamin, bis(2-ethylhexyl)-amin, N-metylxyclohexylamin, N-metyl dixyclohexylamin, N-etylxyclohexylamin hoặc N-etyldixyclohexylamin; amin bậc 2 dị vòng có thể là morpholin, pyrrolidin hoặc piperidin-etyl-pyrazol v.v.; chất khởi đầu được ưu tiên là rượu monohydric no có lên đến 4 nguyên tử cacbon, metanol cụ thể là được ưu tiên làm chất khởi đầu. Đơn vị polyme hóa của polyoxyalkylen ete là propylen oxit và/hoặc etylen oxit, tốt hơn là etylen oxit. Số etylen oxit với mỗi phân tử nằm trong khoảng 4-200, tốt hơn là nằm trong khoảng 12-75, ví dụ 10, 20 hoặc 50.

Thành phần e) theo sáng chế tốt hơn là polyetoxy ete đơn chức có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 200-8000 và số etylen oxit nằm trong khoảng 4-200, tốt hơn nữa là metoxy polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 500-3000 và số etylen oxit nằm trong khoảng 12-75.

Thành phần f) theo sáng chế là hợp chất chứa 1-3, tốt hơn là 2-3 nhóm chức hoạt tính NCO, trong đó ít nhất một nhóm chức hoạt tính NCO là amino. Nhóm chức hoạt tính NCO có thể là một hoặc nhiều hydroxy, amino bậc 1, và amino bậc 2. Thành phần f) có thể là monoamin bậc 1 hoặc monoamin bậc 2 béo hoặc vòng béo như etylamin, dietylamin, isopropylamin và butylamin, hoặc rượu amino, tức là hợp chất chứa amino và hydroxy trong phân tử, như etanolamin, N-metyletanolamin, dietanolamin, diisopropanolamin, 1,3-diamino-2-propanol, N-(2-hydroxyetyl)etylendiamin, N,N-bis(2-hydroxyetyl)etylendiamin và 2-propanolamin, hoặc diamin và triamin, như 1,2-etylendiamin, 1,6-hexametylendiamin, 1-amino-3,3,5-trimetyl-5-aminometylcyclohexan (isophorondiamin), piperazin, 1,4-diaminoxyclohexan, bis-(4-aminocyclohexyl)metan và diethylentriamin, hoặc amin đặc biệt như dihydrazit axit adipic, hydrazin. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp hai hoặc nhiều hợp chất trên.

Thành phần f) có thể hoạt động dưới dạng chất kéo dài mạch để đạt được khối lượng phân tử cao và/hoặc hoạt động dưới dạng hợp chất đơn chức để giới hạn khối lượng phân tử và/hoặc tùy ý cũng đưa các nhóm phản ứng khác, như hydroxy tự do, dưới dạng các điểm liên kết ngang khác.

Thành phần f) theo sáng chế tốt hơn là isophorondiamin, N-(2-hydroxyetyl)etylendiamin, 1,6-hexametylendiamin hoặc hỗn hợp của chúng.

Thành phần f) theo sáng chế tốt hơn nữa là hỗn hợp của isophorondiamin và N-(2-hydroxyetyl)etylendiamin có tỷ lệ mol là 0,5-10:1, tốt hơn là 1-5:1, như 2:1 hoặc 4:1.

Thành phần g) theo sáng chế có thể là chất phong bế thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật hoặc hợp chất không no chứa nhóm hoạt tính polyme; chất phong bế này có thể được lấy ra bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ cao, tốt hơn là một hoặc nhiều butanonoxim, dimetylpyrazol, caprolactam, malonat, triazol, dimetyltriazol, tert-butyl benzylamin và xyclopentanon carboxyetyl este; hợp chất không no chứa nhóm hoạt

tính polyme tốt hơn là một hoặc nhiều hydroxyetyl acrylat, hydroxyetyl metacrylat, hydroxybutyl acrylat, hydroxybutyl metacrylat, hydroxypropyl acrylat, hydroxypropyl metacrylat, pentaerythritol triacrylat và sản phẩm thu được bằng cách tạo phản ứng monoepoxit, diepoxit và/hoặc polyepoxit với nhóm chức hydroxy của axit acrylic hoặc axit metacrylic, trong đó polyepoxit dùng để chỉ oxit có ba hoặc nhiều vòng.

Theo sáng chế, hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure tốt hơn là có hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng 15-70% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 30-60% khối lượng, như 20% khối lượng, 40% khối lượng hoặc 50% khối lượng; độ pH của hệ phân tán tốt hơn là nằm trong khoảng 4-11, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 5-10, như 6 hoặc 8; kích cỡ hạt trung bình của hạt pha rắn trong hệ tốt hơn là nằm trong khoảng 20-750 nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 50-450 nm, ví dụ, 100 nm, 200 nm hoặc 300 nm.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure ở trên, trong đó thành phần b), c), d), e) và tùy ý g) phản ứng qua phản ứng một bước hoặc nhiều bước để tạo ra chất tiền trùng hợp có isoxyanat đầu tận, sau đó chất tiền trùng hợp này phản ứng với thành phần a) và tùy ý f) đồng thời hoặc riêng biệt, tiếp theo là phân tán nước để có hệ phân tán trong nước (pha phân tán), trong đó dung môi mà có thể được lấy ra một phần hoặc hoàn toàn bằng cách chưng cất trong hoặc sau khi phân tán tùy ý được bổ sung.

Quá trình điều chế hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure theo sáng chế có thể được tiến hành trong pha đồng nhất trong một hoặc nhiều giai đoạn, hoặc có thể được tiến hành một phần trong pha phân tán đối với phản ứng nhiều giai đoạn. Phản ứng polyme hóa hoàn toàn hoặc một phần tiếp theo là bước phân tán, nhũ tương hóa hoặc hòa tan. Tùy ý, bước polyme hóa hoặc điều biến bổ sung trong pha phân tán có thể còn được bao gồm.

Tất cả các phương pháp được biết từ tình trạng kỹ thuật, như phương pháp phân tán cắt chất nhũ hóa, phương pháp axeton, phương pháp trộn chất tiền trùng hợp, phương pháp nhũ tương hóa tan chảy, phương pháp ketimin và phương pháp phân tán tức thời chất rắn hoặc phương pháp có nguồn gốc từ các phương pháp trên có thể được sử dụng để điều chế hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure ở trên. Tóm tắt của các phương pháp này có thể được tìm thấy trong Methoden der

organischen Chemie (Houben-Weyl, Erweiterungs- und Folgebände zur 4. Auflage, Vol. E20, H. Bartl and J. Falbe, Stuttgart, New York, Thieme 1987, pages 1671-1682); phương pháp nhũ tương hóa tan chảy, phương pháp trộn chất tiền trùng hợp, và phương pháp axeton được ưu tiên; phương pháp axeton đặc biệt là được ưu tiên.

Theo một phương án, thành phần b), d), e) và c) được trộn theo định lượng và sau đó được polyme hóa ở nhiệt độ nhất định để tạo ra chất tiền trùng hợp polyuretan có isoxyanat đầu tận, chất tiền trùng hợp polyuretan này sau đó được cho phản ứng kéo dài mạch với thành phần f), và sau đó phân tán trong nước để có hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure, trong đó thành phần a) có thể được bổ sung ở giai đoạn bất kỳ.

Theo một phương án, quá trình polyme hóa được tiến hành bằng cách đặt tất cả hoặc một phần của thành phần b), d), e) và tùy ý g) vào thiết bị phản ứng trước, tùy ý được pha loãng bằng dung môi mà tương thích với nhóm isoxyanat và có thể trộn lẫn vào nước, và sau đó thành phần c) được bổ sung theo hệ mét ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ phòng đến 120°C để thu được chất tiền trùng hợp polyuretan có isoxyanat đầu tận. Phản ứng này có thể được tiến hành trong một giai đoạn hoặc nhiều giai đoạn. Phản ứng nhiều giai đoạn có thể được tiến hành như sau: đặt thành phần b), d), tùy ý e) trước và bổ sung thành phần thứ hai g) sau khi phản ứng với thành phần nhóm chức isoxyanat c), sau đó phản ứng với một số nhóm isoxyanat vẫn có mặt, thành phần a) có thể được bổ sung ở giai đoạn bất kỳ.

Dung môi thích hợp có thể là axeton, methyl isobutyl xeton, butanon, tetrahydrofuran, dioxan, axetonitril, dipropylen glycol dimetyl ete, 1-metyl-2-pyrrolidon, v.v., có thể được bổ sung không chỉ lúc bắt đầu điều chế mà còn trong hoặc sau khi phản ứng. Dung môi cũng có thể được bổ sung theo mẻ. Axeton và butanon được ưu tiên, và axeton được ưu tiên hơn.

Tỷ lệ của lượng mol của nhóm isoxyanat với tổng lượng mol của hydroxy và amino được sử dụng để điều chế hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure theo sáng chế nằm trong khoảng 0,7-2,5:1, tốt hơn là nằm trong khoảng 1,0-1,85:1, như 1,5:1.

Thông thường, bằng cách theo dõi hàm lượng NCO của hỗn hợp phản ứng, tỷ lệ chuyển hóa của chúng thông thường được giám sát. Đối với điều này, phép đo phổ (ví

dụ, xác định phổ hồng ngoại hoặc phổ gần hồng ngoại, chiết suất) và chuẩn độ chiết áp hóa học (ví dụ, chuẩn độ hóa học của mẫu đã lấy) có thể được tiến hành, tốt hơn là chuẩn độ chiết áp hóa học được tiến hành.

Chất xúc tác thông thường được sử dụng để điều chế có thể là chất xúc tác để tăng tốc phản ứng của NCO với OH được biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, như triethylamin, 1,4-diazabicyclo-[2,2,2]-octan, dibutyl thiếc oxit, thiếc dioctat hoặc dibutyltin dilaorat, thiếc bis-(2-ethylhexanoat), bitmut neodecanoat, bitmut 2-ethylhexanoat, và tương tự. Tốt hơn là bitmut neodecanoat, bitmut 2-ethylhexanoat, tốt hơn nữa là bitmut neodecanoat.

Phản ứng kéo dài mạch thường được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng 10-100°C, tốt hơn là nằm trong khoảng 25-60°C.

Dung môi hữu cơ được sử dụng tùy ý, như axeton, được chưng cất trong và/hoặc sau khi phân tán.

Phương pháp điều chế được ưu tiên được mô tả như sau:

Thành phần b), d), e), c) và dung môi tùy ý được bổ sung trước và được gia nhiệt đến 50-100°C trong khi khuấy. Sử dụng phản ứng tỏa nhiệt, hỗn hợp phản ứng được khuấy ở 40-150°C cho tới khi hỗn hợp có hàm lượng isoxyanat mà đạt hoặc hơi thấp hơn hàm lượng isoxyanat về mặt lý thuyết (ví dụ, 97% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 99% khối lượng hoặc nhiều hơn hàm lượng về mặt lý thuyết đã đạt), thành phần tùy ý g) được bổ sung và phản ứng được tiếp tục cho tới khi hỗn hợp có hàm lượng isoxyanat mà đạt hoặc hơi thấp hơn hàm lượng isoxyanat về mặt lý thuyết (ví dụ 98% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 99% khối lượng hoặc nhiều hơn hàm lượng về mặt lý thuyết đã đạt). Sau đó, bằng cách bổ sung dung môi, hỗn hợp được pha loãng đến hàm lượng chất rắn 25-95% khối lượng, tốt hơn là 40-80% khối lượng. Sau đó, thành phần a) mà được pha loãng với dung môi và thành phần tùy ý f) được bổ sung ở 10-100°C, tốt hơn là 25-60°C lần lượt để kéo dài mạch. Sau thời gian phản ứng nằm trong khoảng 2-60 phút, quá trình phân tán được tiến hành bằng cách bổ sung nước được chưng cất hoặc bằng cách chuyển hỗn hợp đến nước được chưng cất đã bổ sung trước và chưng cất dung môi đã sử dụng hoàn toàn hoặc một phần trong hoặc sau bước phân tán. Tùy ý, chất xúc tác có thể được bổ sung cho phản ứng polyme hóa.

Polyuretan hoặc polyuretan-ure theo sáng chế có phân đoạn siloxy không bị ăn

ngữ không gian kiểu giá treo. Hệ phân tán trong nước có thể được lưu giữ trong khi chúng ổn định. Trong quá trình sấy và hoạt hóa, siloxy kiểu giá treo nhanh chóng được thủy phân và liên kết ngang với nhau để tăng tỉ trọng liên kết ngang, và cải thiện đáng kể tính chất như độ chịu nhiệt và độ chịu ẩm của chất dính.

Bên cạnh phân đoạn siloxy kiểu giá treo, polyuretan hoặc polyuretan-ure theo sáng chế còn có nhóm sulfonat và/hoặc carboxylat và/hoặc phân đoạn polyetoxi, và phân đoạn polyetoxi đầu tận. Khác nhau từ việc đưa vào phân đoạn polyetoxi trong mạch chính hoặc mạch bên, sau khi đưa vào phân đoạn polyetoxi ở đầu tận, phân đoạn polyetoxi đầu tận này, ngoài là nhóm ưa nước, nhóm này cũng thuận lợi cho việc kiểm soát khối lượng phân tử của polyuretan hoặc polyuretan-ure để khiến chất dính thu được tính chất phù hợp, là quan trọng hơn.

So sánh với polyuretan-polyure trong nước hiện có, hệ phân tán trong nước theo sáng chế, khi được sử dụng làm chất dính, có độ chịu nhiệt ban đầu, độ chịu nhiệt sau, và độ chịu thủy phân dưới sức nóng và độ ẩm tốt.

Chất liên kết ngang như isoxyanat hoặc carbodiimit cần được bổ sung trước sử dụng hệ phân tán polyuretan-polyure hiện có trong nước, và chất liên kết ngang và polyuretan-polyure trong nước cần được trộn theo tỷ lệ trước khi thi công, hoạt động phức tạp, và keo được điều chế phải được sử dụng trong thời gian lịch trình, sau thời gian ngắn được cho phép trước khi sử dụng. Hệ phân tán trong nước theo sáng chế có thể đáp ứng yêu cầu hiệu suất mà không cần bổ sung thêm chất liên kết ngang như isoxyanat hoặc carbodiimit, và có thể được sử dụng làm sản phẩm một thành phần, hoạt động đơn giản, sau đó thời gian dài được cho phép trước khi sử dụng, và hiệu quả thi công tăng rất nhiều.

Lượng siloxan được bổ sung vào hệ phân tán trong nước theo sáng chế nhỏ, và hệ phân tán trong nước bản thân nó ổn định. Hệ được ghép trên cơ sở hệ phân tán trong nước có độ ổn định tốt và thời gian lưu giữ dài. Hệ phân tán trong nước thích hợp để điều chế sơn, chất bịt kín, đặc biệt là chất dính chất lượng cao.

Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure được điều chế theo sáng chế có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với chất phụ trợ và chất phụ gia được biết trong lĩnh vực chất phủ và chất dính. Ví dụ, chất nhũ hóa, chất ổn định ánh sáng (như hấp thụ tia UV và amin bị án ngữ không gian (HALS)), cũng như chất

chống oxy hóa, chất độn, chất chống lắng, chất khử bọt và/hoặc làm ướt, chất điều tiết lưu lượng, chất pha loãng hoạt tính, chất làm dẻo, chất trung hòa, chất xúc tác, dung môi hỗ trợ, chất làm đặc, chất màu, thuốc nhuộm, chất làm mờ, chất dính và tương tự. Chất phụ gia và/hoặc chất hỗ trợ có thể được bổ sung trước/sau khi polyme hóa, hoặc có thể được bổ sung sau khi phân tán.

Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure được điều chế theo sáng chế cũng có thể được sử dụng kết hợp với các oligome hoặc polyme chứa nước hoặc chứa dung môi khác. Ví dụ, polyvinyl este, polyvinyl ete, rượu polyvinyl, polyetylen, polystyren, polybutadien, polyvinyl clorua, polyuretan, polyuretan-polyure, polyuretan-polyacrylat, polyeste, polyacrylat và/hoặc hệ phân tán copolyme hoặc nhũ tương hoặc dung dịch trong nước hoặc dung dịch hữu cơ. Sự tương thích của các hỗn hợp này trong mỗi trường hợp phải được thử nghiệm bằng cách sử dụng kiểm tra sơ bộ đơn giản.

Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure được điều chế theo sáng chế và chế phẩm dính hoặc chất kết dính trên cơ sở hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure thích hợp để gắn kết nền bất kỳ, như tất cả các loại kim loại, hợp kim, gỗ, vật liệu gốc gỗ, ván dăm, ván MDF, gốm, đá, bê tông, nhựa đường, sợi cứng, thủy tinh, sợi thủy tinh, sợi cacbon, ống nano cacbon, sứ, nhựa, da, dệt may và vật liệu vô cơ. Chúng cũng thích hợp để gắn kết vật liệu cao su như cao su tự nhiên và tổng hợp, các nhựa khác nhau như polyuretan, polyvinyl axetat, polyvinyl clorua, đặc biệt là polyvinyl clorua chứa chất làm dẻo. Chúng cũng thích hợp cho chất dẻo nhiệt như ABS (acrylic-butadien-styren), PC (polycacbonat), nhựa polyolefin và hỗn hợp của chúng.

Chất dính trên cơ sở hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure được điều chế theo sáng chế cũng thích hợp để gắn kết nền được làm từ các vật liệu này, đặc biệt nền trên cơ sở polyvinyl clorua, cụ thể hơn là nền trên cơ sở polyvinyl clorua chứa chất làm dẻo, nền trên cơ sở polyetylen vinyl axetat hoặc bọt đàn hồi polyuretan, mũ giày làm bằng da hoặc da nhân tạo; cũng đặc biệt thích hợp để gắn kết màng gốc polyvinyl clorua hoặc polyvinyl clorua chứa chất làm dẻo với gỗ.

Chất phủ, chất dính và/hoặc chất bịt kín trên cơ sở hệ phân tán trong nước theo sáng chế được điều chế bằng kỹ thuật được biết trong kỹ thuật phủ hoặc dính có thể

được sử dụng trong các lĩnh vực này.

Đồng thời, phương pháp điều chế hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure tự liên kết ngang theo sáng chế đơn giản và dễ vận hành.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp được đề xuất bởi sáng chế còn được mô tả chi tiết dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở đó.

Chất phản ứng hóa học được sử dụng trong các ví dụ sau đây là chất phản ứng phân tích;

Vật liệu được sử dụng:

Polyeste I: polyeste diol được điều chế từ axit adipic và 1,4-butandiol, giá trị $\text{OH} = 56 \text{ mg KOH/g}$

Polyeste II: polyeste diol được điều chế từ 1,6-hexandiol, neopentyl glycol và axit adipic, giá trị $\text{OH} = 74 \text{ mg KOH/g}$

Polyeste III: polyeste diol được điều chế từ axit adipic và 1,4-butandiol, giá trị $\text{OH} = 112 \text{ mg KOH/g}$

Polyeste IV: polyeste diol được điều chế từ axit phtalic và 1,6-hexandiol, giá trị $\text{OH} = 56 \text{ mg KOH/g}$

Polyeste V: polycarbonat diol (PCDL T5652, Asahi Kasei Corporation), giá trị $\text{OH} = 56 \text{ mg KOH/g}$

Isoxyanat I: hexametylen diisoxyanat (Wannate® HDI, Wanhua Chemical)

Isoxyanat II: isophoron diisoxyanat (Wannate® IPDI, Wanhua Chemical)

Polyete I: polyetoxy ete đơn chức có khối lượng phân tử trung bình bằng 1200 g/mol (MPEG 1200, LG Chemical)

Polyete II: polyetoxy ete đơn chức có khối lượng phân tử trung bình bằng 520 g/mol (MPEG520, LG Chemical)

Ví dụ 1

210 g polyeste I khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước, 23 g axeton, và 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được

trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,00%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 400 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,63 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,26 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 180 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze (phân tích kích cỡ hạt laze) trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Ví dụ 2

150 g polyeste I khử nước, 60 g polyeste II khử nước, 28,5 g isoxyanat I, 24 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat, 3,15 g polyete II được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 1,95%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 405 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 2 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,42 g isophorondiamin và 0,41 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 10 g dung dịch trong nước, và 2,39 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 20 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 197 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. A hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 55% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 220 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,2.

Ví dụ 3

80 g polyeste I khử nước, 25 g polyeste III khử nước, 20 g polyeste IV khử nước, 12 g polyete I khử nước, 22 g isoxyanat I, 18 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ

ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,1%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 309 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,6 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 1,8 g isophorondiamin và 1 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 224 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 45% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 150 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Ví dụ 4

80 g polyeste I khử nước, 110 g polyeste II khử nước, 35 g polyeste III khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước, 25 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,00%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 405 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,72 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 180 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Ví dụ 5

150 g polyeste I khử nước, 120 g polyeste II khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp

nitor và lỗ ra nitor. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,19%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 424 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5 g natri N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonat, 3 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước được hòa tan, và 0,6 g N-β-(aminoetyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 558 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 64 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 6,8.

Ví dụ 6

210 g polyeste I khử nước, 43 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitor và lỗ ra nitor. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 4,98%, sau đó 15,2 g butanon oxim được bổ sung ở 50°C cho tới khi NCO được hạ xuống 2,20%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 450 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5 g natri N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonat, 3 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,58 g N-β-(aminoetyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 253 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 180 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,8.

Ví dụ 7

210 g polyeste I khử nước, 20 g isoxyanat I, 11,1 g isoxyanat II, 2 g polyete I khử nước, 24 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn

cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 1,95%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 405 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,8 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,26 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 241 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 176 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 8.

Ví dụ 8

210 g polyeste I khử nước, 35g isoxyanat I, 5,8g axit dimetylolpropion, 2g polyete I khử nước, 24g axeton, 0,04g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị n lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,09%. Chất tiền trùng hợp ws được hòa tan trong 419 g axeton và được làm mát xuống 50°C, và sau đó 4,4g trietylamin được bổ sung cho 5 phút trung hòa. 2 g isophorondiamin và 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 6 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 50 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 300 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 195 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Ví dụ 9

210 g polyeste I khử nước, 32 g isoxyanat I, 4 g 1,4-butandiol, 2 g polyete I khử nước, 24 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi

NCO đạt 1,92%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 413 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,63 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 2,4 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 1,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 50 g axeton dung dịch lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 300 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 195 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Ví dụ 10

190g polyeste I khử nước, 12 g khử nước polyeste V, 20 g isoxyanat I, 11 g isoxyanat II, 2 g polyete I khử nước, 23 g axeton, 0,04g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,15%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 400 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,63 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,26 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 165 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong phân tán pha, và độ pH bằng 7,0.

Ví dụ 11

190 g polyeste I khử nước, 20 g khử nước polyeste V, 20 g isoxyanat I, 13 g isoxyanat II, 2 g polyete I khử nước, 23 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp

được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,05%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 400 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 4,63 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,26 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,5 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 178 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong phân tán pha, và độ pH bằng 6,8.

Ví dụ 12

80 g polyeste I khử nước, 120 g polyeste II khử nước, 30 g polyeste III khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước, 25 g axeton, 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 1,92%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 395 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,72 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton được điều chế lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 185 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,2.

Ví dụ 13

80 g polyeste I khử nước, 150 g polyeste II khử nước, 15 g polyeste III khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 2 g polyete I khử nước, 25 g axeton, 0,04 g bitmut

neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 2,03%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 415 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước, và 0,72 g N-β-(aminoethyl)-γ-aminopropyltrimetoxysilan được hòa tan trong 5 g dung dịch axeton lần lượt được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan, và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 238 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 178 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,0.

Ví dụ so sánh 14

210 g polyeste I khử nước, 28,35 g isoxyanat I, 24 g axeton, 2 g polyete I khử nước, và 0,04 g bitmut neodecanoat được bổ sung vào bình đáy tròn bốn cổ 1 L được trang bị lỗ nạp nitơ và lỗ ra nitơ. Hỗn hợp được khuấy ở 80-90°C cho tới khi NCO đạt 1,72%. Chất tiền trùng hợp được hòa tan trong 405 g axeton và được làm mát xuống 50°C. 5,1 g natri N-(2-aminoethyl)-2-aminoetansulfonat, 3,51 g isophorondiamin, 0,86 g hydroxyetyletylendiamin được hòa tan trong 35 g dung dịch trong nước được bổ sung vào dung dịch axeton trong đó chất tiền trùng hợp được hòa tan và dung dịch được khuấy mạnh cùng một lúc. Khuấy trong 20 phút và sau đó phân tán hỗn hợp bằng cách bổ sung 300 g nước. 4 g chất nhũ hóa Tween 20 được bổ sung sau khi tách axeton bằng cách chưng cất. Hệ phân tán trong nước polyuretan-polyure không có dung môi thu được, có hàm lượng chất rắn bằng 50% khối lượng và kích cỡ hạt trung bình bằng 180 nm như xác định được bằng phép đo liên quan đến laze trong pha phân tán, và độ pH bằng 7,5.

Điều chế chất dính

100g nước phân tán và 0,05g BYK024 (BYK) được trộn, được khuấy ở 500rpm trong 5 phút, sau đó 0,2g Tego245 (Tego) được bổ sung, khuấy trong 5 phút nữa, sau đó 0,15g Vesmody U604 (Wanhua Chemical) được bổ sung, sau đó được khuấy ở 600

rpm trong 10 phút.

Điều chế mẫu

Mẫu được điều chế sử dụng các vật liệu composit sau đây:

Vật liệu composit	Nền 1	Nền 2
A	Cao su	Cao su
B	Vải bạt	Vải bạt
C	PVC	PVC
D	Cao su	Cao su

(1) Đầu tiên, nền 1 (cao su) và nền 2 (cao su) được xử lý bằng chất xử lý (dung dịch axeton của tricloisoxyanurat, 2% khối lượng), và sau đó được hong khô để sử dụng sau. Chất dính đầu tiên được phủ lên dải nền có chiều rộng 2,5 cm và chiều dài 15 cm sử dụng bàn chải, sấy khô trong lò ở 65°C trong 5 phút và sau đó lấy ra và ép ở 30 kg/cm² trong 10 giây để điều chế vật liệu composit A.

(2) Vật liệu composit B và vật liệu composit C được điều chế theo cùng cách như ở bước (1).

(3) Sau khi chất dính được đặt ở 75°C trong 72 giờ, vật liệu composit D được điều chế theo cùng cách như ở bước (1).

Thử nghiệm độ bền tróc của vật liệu composit

Độ bền tróc được đo sử dụng máy kéo GOTECH với tốc độ bóc 200 mm/phút.

Độ bền ban đầu: độ bền tróc được thử nghiệm trực tiếp trên máy kéo sau khi ép.

Độ bền sau: mẫu được đặt ở nhiệt độ phòng trong 24 giờ, sau đó độ bền tróc của chúng được thử nghiệm.

Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1 Độ bền tróc của chất dính trên các nền khác nhau

Vật liệu composit	Độ bền ban đầu N/mm				Độ bền sau N/mm			
	A	B	C	D	A	B	C	D

Ví dụ 1	5,8	4,0	4,6	5,8	11,9	7,3	8,2	11,5
Ví dụ 2	5,3	3,6	4,3	5,3	11,6	7,0	8,0	11,6
Ví dụ 3	5,6	3,9	4,8	5,6	11,7	7,6	8,1	11,6
Ví dụ 4	5,7	4,1	4,5	5,3	12,0	7,5	8,0	12,5
Ví dụ 5	5,2	3,5	4,4	5,0	11,4	7,2	7,9	11,5
Ví dụ 6	6,0	4,2	4,5	6,1	12,1	7,5	8,0	12,3
Ví dụ 7	5,7	3,9	4,5	5,9	12,1	7,1	8,4	12,5
Ví dụ 8	5,1	3,2	4,0	5,0	11,5	7,1	8,0	11,5
Ví dụ 9	6,0	4,1	4,3	6,0	12,2	7,0	8,2	12,2
Ví dụ 10	6,2	4,3	4,2	6,0	12,6	6,5	7,4	12,5
Ví dụ 11	5,6	4,8	4,5	5,3	12,8	7,0	8,0	12,5
Ví dụ 12	4,8	4,5	4,0	4,5	10,9	6,2	6,9	10,2
Ví dụ 13	5,2	4,9	4,8	5,1	11,5	6,9	8,1	11,2
Ví dụ so sánh 14 ⁽¹⁾	6,0	4,2	4,9	3,5	12,5	7,9	8,3	7,9
Ví dụ so sánh 14 ⁽²⁾	6,2	4,4	4,8	3,2	12,5	7,8	8,5	7,8

Lưu ý:

(1) chỉ ra chế phẩm một thành phần mà không bổ sung chất hóa rắn (thành phần siloxan);

(2) chỉ ra rằng khi chất dính được điều chế, Aquolin® 161 (Yantai Wanhua Chemical, có NCO bằng 18,5% khối lượng) tương ứng với 5% khối lượng nhũ tương (hệ phân tán trong nước được điều chế theo ví dụ 14) được bổ sung thêm để điều chế hệ hai thành phần.

Trong bảng trên, "ví dụ" và "ví dụ so sánh" có nghĩa là chất dính được điều chế bằng cách sử dụng hệ phân tán trong nước được điều chế theo ví dụ hoặc ví dụ so sánh tương ứng dưới dạng vật liệu thô.

Như có thể thấy từ bảng 1, so sánh với chất dính một/hai thành phần trên cơ sở

hệ phân tán không chứa siloxy trong mạch bên (ví dụ so sánh 14⁽¹⁾, 14⁽²⁾), độ bền ban đầu và độ bền sau của chất dính một thành phần trên cơ sở hệ phân tán chứa siloxy trong mạch bên được đề xuất bởi sáng chế giảm nhẹ, với mức độ giảm rất nhỏ, đáp ứng yêu cầu hiệu suất, và về cơ bản không ảnh hưởng đến việc sử dụng bình thường.

Độ bền gắn kết của hệ phân tán chứa phân đoạn siloxy trong mạch bên không thay đổi đáng kể sau khi lưu giữ ở nhiệt độ cao trong 3 ngày. Nhưng theo ví dụ so sánh, hệ phân tán mà không có phân đoạn siloxy cho thấy sự giảm đáng kể ở độ bền gắn kết. Điều này chỉ ra rằng hệ phân tán chứa phân đoạn siloxy trong mạch bên có độ ổn định lưu giữ tốt.

Thử nghiệm độ chịu nhiệt của vật liệu composit

Độ chịu nhiệt ban đầu: 500 g khối lượng được treo trên mẫu đã điều chế và mẫu đặt trong lò 80°C để đo độ giãn chiều dài trong 30 phút.

Độ chịu nhiệt sau: mẫu đã điều chế được đặt ở nhiệt độ phòng trong 3 ngày, sau đó 1 kg khối lượng được treo trên mẫu, mẫu được đặt trong lò 70°C để đo độ giãn chiều dài trong 24 giờ.

Độ chịu nhiệt và ẩm: mẫu đã điều chế được đặt ở nhiệt độ phòng trong 3 ngày, sau đó 500 g khối lượng được treo trên mẫu, mẫu được đặt trong lò 70°C/95% ẩm để đo độ giãn chiều dài trong 24 giờ.

Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2 Độ chịu nhiệt của chất dính trên các nền khác nhau

Vật liệu composit	Độ chịu nhiệt ban đầu/mm			Độ chịu nhiệt sau/mm			Độ chịu nhiệt và ẩm/mm		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
Ví dụ 1	2	2	1	0	0	0	30	60	42
Ví dụ 2	4	6	3	1	2	1	56	75	49
Ví dụ 3	6	8	5	3	5	4	78	102	62
Ví dụ 4	1	2	1	1	0	0	35	52	48
Ví dụ 5	5	5	6	2	1	0	62	71	53

Ví dụ 6	1	2	2	0	0	0	32	53	41
Ví dụ 7	1	1	2	0	1	0	36	56	39
Ví dụ 8	5	7	5	2	3	1	62	71	55
Ví dụ 9	1	1	1	1	0	1	36	52	51
Ví dụ 10	1	2	1	0	1	1	45	71	48
Ví dụ 11	1	1	2	1	0	0	49	35	59
Ví dụ 12	1	2	7	1	0	0	45	38	42
Ví dụ 13	1	4	5	1	0	0	53	42	55
Ví dụ so sánh 14 ⁽¹⁾	50	46	38	61	58	53	150	150	150
Ví dụ so sánh 14 ⁽²⁾	20	18	15	0	0	0	20	25	12

Note:

(1) chỉ ra chế phẩm một thành phần mà không bổ sung chất hóa rắn;

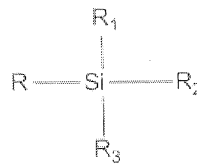
(2) chỉ ra rằng khi chất dính được điều chế, Aquolin® 161 (Yantai Wanhua Chemical, có NCO bằng 18,5% khối lượng) tương ứng với 5% khối lượng nhũ tương được bổ sung thêm để điều chế hệ hai thành phần.

Trong bảng trên, "ví dụ" và "ví dụ so sánh" có nghĩa là chất dính được điều chế bằng cách sử dụng hệ phân tán trong nước được điều chế theo ví dụ hoặc ví dụ so sánh tương ứng dưới dạng vật liệu thô.

Như có thể thấy từ bảng 2, so sánh với chất dính một thành phần trên cơ sở hệ phân tán không chứa siloxy trong mạch bên (ví dụ so sánh 14(1)), độ chịu nhiệt ban đầu, độ chịu nhiệt sau và độ chịu nhiệt và ẩm của chất dính một thành phần trên cơ sở hệ phân tán chứa siloxy trong mạch bên được đề xuất bởi sáng chế tăng đáng kể, độ chịu nhiệt ban đầu rõ ràng là vượt trội so với hiệu suất của chất dính hai thành phần (ví dụ so sánh 14(2)), và độ chịu nhiệt sau gần với hiệu suất của chất dính hai thành phần (ví dụ so sánh 14(2)). Điều này chủ yếu là vì siloxy trong mạch bên được thủy phân và liên kết ngang với nhau để tăng tỉ trọng liên kết ngang của màng phủ, cải thiện độ chịu nhiệt và độ chịu nhiệt và ẩm của màng phủ một cách đáng chú ý.

Yêu cầu bảo hộ

1. Hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure, trong đó hệ phân tán trong nước của polyuretan hoặc polyuretan-ure này là sản phẩm phản ứng thu được bằng cách cho phản ứng chế phẩm chứa các thành phần sau đây:



a) ít nhất một thành phần silan có công thức chung là $R-Si(R_1)(R_2)(R_3)$, trong đó nhóm R chứa ít nhất hai nhóm hoạt tính NCO, trong đó ít nhất hai nhóm trong số các nhóm R_1 , R_2 và R_3 là metoxyl và/hoặc etoxyl, và nhóm còn lại trong số các nhóm R_1 , R_2 và/hoặc R_3 là alkyl;

b) ít nhất một thành phần polyol có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4, trong đó thành phần b) chứa hỗn hợp của polyol tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 400-15000 và ít nhất một polyol không phải tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 400-15000;

c) ít nhất một thành phần polyisoxyanat; thành phần polyisoxyanat này tốt hơn là hỗn hợp của hexametylen diisoxyanat và isophoron diisoxyanat có tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng 1-50:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 3-10:1, hoặc hỗn hợp của hexametylen diisoxyanat và 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat có tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng 1-50:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 3-10:1.

d) ít nhất một thành phần hợp chất ưa nước, nhóm ưa nước của hợp chất ưa nước này chứa một hoặc hai nhóm ion và nhóm ion tiềm năng, hợp chất ưa nước chứa 2-3 nhóm hoạt tính NCO; nhóm ion tốt hơn là carboxylat và/hoặc sulfonat; nhóm ion tiềm năng tốt hơn là nhóm carboxyl và/hoặc sulfonic; nhóm hoạt tính NCO tốt hơn là hydroxy và/hoặc amino;

e) ít nhất một thành phần hợp chất ưa nước không phân ly đơn chức, hoạt tính NCO; và

f) tùy ý, hợp chất chứa 1-3 amino và/hoặc hydroxy trong phân tử; và

g) tùy ý, các hợp chất hoạt tính isoxyanat khác.

2. Hệ phân tán trong nước theo điểm 1, trong đó trên cơ sở tổng khối lượng chế phẩm, thành phần a) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,02-5% khối lượng, tốt hơn

là 0,2-2,5% khối lượng; thành phần b) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 30-94% khối lượng, tốt hơn là 70-90% khối lượng; thành phần c) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 5-40% khối lượng, tốt hơn là 8-20% khối lượng; thành phần d) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,2-10% khối lượng, tốt hơn là 1-5% khối lượng; thành phần e) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0,01-10% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng 0,5-3% khối lượng; thành phần f) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0-10% khối lượng, tốt hơn là 0,5-3% khối lượng; thành phần g) được sử dụng với lượng nằm trong khoảng 0-15% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng 1-8% khối lượng.

3. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-2, trong đó nhóm chức hoạt tính NCO của thành phần a), thành phần silan được chọn từ một hoặc nhiều hydroxy, amino bậc 1 và amino bậc 2; thành phần a) tốt hơn là silan có ít nhất hai amino bậc 1 và/hoặc amino bậc 2; tốt hơn nữa là một hoặc nhiều

N- β -(aminoethyl)- γ -aminopropyltrimetoxysilan,

N- β -(aminoethyl)- γ -aminopropyltriethoxysilan và

N-(β -aminoethyl)- γ -aminopropylmetyldimetoxysilan.

4. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-3, trong đó thành phần b) có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 20-15000, tốt hơn là nằm trong khoảng 80-5000; tốt hơn nữa là, thành phần b) là một hoặc nhiều polyeste polyol, polycacbonat polyol, polylacton polyol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 500-5000 và độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 3 và rượu phân tử nhỏ có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 80-400 và độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4.

5. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-4, trong đó hỗn hợp của diol tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 1000-4000 và diol không phải tinh thể có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 1000-4000; tốt hơn là, diol không phải tinh thể là polycacbonat diol được điều chế bằng phản ứng của một hoặc nhiều 1,4-butandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol và neopentyl glycol với dimetyl cacbonat và/hoặc dietyl cacbonat; diol tinh thể là polyeste glycol được điều chế bằng phản ứng của một hoặc nhiều trong số 1,4-butandiol và 1,6-hexandiol với axit adipic.

6. Hệ phân tán trong nước theo điểm 5, trong đó tỷ lệ khối lượng của diol tinh thể với diol không phải tinh thể nằm trong khoảng 1-25:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 5-10:1.

7. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-6, trong đó hợp chất ưa nước chứa nhóm ion hoặc nhóm ion tiềm năng trong thành phần d) chứa một hoặc nhiều trong số axit dimethylolpropion, axit dimethylolbutanoic, axit dimethylol axetic, axit dihydroxysuccinic, axit N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonic, axit N-(3-aminopropyl)-2-aminoetansulfonic, axit N-(3-aminopropyl)-3-aminopropansulfonic, axit N-(2-aminoetyl)-3-aminopropansulfonic và muối kim loại kiềm, muối kim loại kiềm thổ và muối amoni của chúng;

tốt hơn là, thành phần d) chứa N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonat và/hoặc dimethylolpropionat.

8. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-7, trong đó thành phần e) có số etylen oxit nằm trong khoảng 4-200, tốt hơn là nằm trong khoảng 12-75 với mỗi phân tử; tốt hơn là, thành phần e) là polyetoxi ete đơn chức có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 200-8000 và số etylen oxit nằm trong khoảng 4-200, tốt hơn nữa là metoxi polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng 500-3000 và số etylen oxit nằm trong khoảng 12-75.

9. Hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-8, trong đó thành phần f) là hợp chất chứa 2-3 nhóm chức hoạt tính NCO, trong đó ít nhất một nhóm chức hoạt tính NCO là amino bậc 1 hoặc amino bậc 2; tốt hơn là, thành phần f) là hỗn hợp của isophorondiamin và N-(2-hydroxyetyl)etylendiamin có tỷ lệ mol nằm trong khoảng 0,5-10:1, tốt hơn là nằm trong khoảng 1-5:1.

10. Phương pháp điều chế hệ phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-9, bao gồm các bước sau đây: thành phần b), c), d), e) và tùy ý g) phản ứng qua phản ứng một bước hoặc nhiều bước để tạo ra chất tiền trùng hợp với isoxyanat đầu tận, sau đó chất tiền trùng hợp này phản ứng với thành phần a) và f) tùy ý qua phản ứng một hoặc hai giai đoạn, tiếp theo là phân tán hoặc hòa tan trong nước, trong đó dung môi có thể được lấy ra một phần hoặc hoàn toàn bằng cách chưng cất trong hoặc sau khi quy trình phân tán tùy ý được sử dụng.