



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

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



1-0041684

(51)⁸ C09D 175/04; C07C 69/33; C08J 9/00; (13) B
D06N 3/14; C08L 75/04; D06N 3/00;
B01F 17/00; C08J 9/30

-
- (21) 1-2018-05957 (22) 13/07/2017
(86) PCT/EP2017/067655 13/07/2017 (87) WO2018/015260 25/01/2018
(30) 16180041.2 19/07/2016 EP
(45) 25/11/2024 440 (43) 25/06/2019 375A
(73) Evonik Operations GmbH (DE)
Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany
(72) KLOSTERMANN, Michael (DE); GLOS, Martin (DE); VON HOF, Jan Marian
(DE); DAHL, Verena (DE); Eilbracht, Christian (DE); SPRINGER, Oliver (DE);
WENK, Hans Henning (DE).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

(54) POLYOL ESTE ĐƯỢC PHOSPHORYL HÓA, LỚP PHỦ POLYME XÓP VÀ QUY TRÌNH TẠO RA LỚP PHỦ POLYME XÓP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến polyol este được phosphoryl hóa. Sáng chế còn đề cập đến lớp phủ polyme xốp và quy trình tạo ra lớp phủ polyme xốp này bằng cách sử dụng polyol este làm chất phụ trợ.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến lĩnh vực lớp phủ dẻo, da tổng hợp và polyol este.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cụ thể hơn, sáng chế liên quan đến việc tạo ra lớp phủ polyme xốp, đặc biệt là lớp phủ polyuretan xốp, bằng cách sử dụng polyol este làm chất phụ trợ.

Vải dệt được phủ bằng chất dẻo, ví dụ da tổng hợp, thường bao gồm chất mang trên vải dệt mà một lớp polyme xốp được dàn mỏng lên đó, rồi tiếp đó nó được phủ bằng lớp đỉnh hoặc lớp bao ngoài cùng.

Lớp polyme xốp trong bản mô tả này tốt hơn là có lỗ xốp ở khoảng micromet và có thể thấm được trong không khí và do đó có thể hít thở, tức là có thể thấm hơi nước, nhưng lại chịu nước. Lớp polyme xốp thường chứa polyuretan xốp. Hiện nay, lớp polyuretan xốp thường được tạo ra bằng phương pháp đông tụ, trong đó DMF được sử dụng làm dung môi. Tuy nhiên, vì mối quan tâm đến môi trường, phương pháp này bị chỉ trích mạnh, và do đó nó chỉ nên được tiến hành từ từ theo các công nghệ khác thân thiện hơn với môi trường. Một trong số những công nghệ này là dựa trên thể phân tán polyuretan trong nước, được gọi là PUD (*aqueous polyuretan thể phân tán*). Các chất này thường bao gồm vi hạt polyuretan được phân tán trong nước; hàm lượng rắn thường nằm trong khoảng từ 30-60% khối lượng. Để tạo ra lớp polyuretan xốp, các PUD này được hình thành một cách cơ học, được phủ lên chất mang (lớp có độ dày thường nằm trong khoảng từ 300-2000 μm) và tiếp đó làm khô ở nhiệt độ gia tăng. Trong suốt bước làm khô này, có sự bay hơi của nước có mặt trong

hệ PUD, điều này sẽ dẫn đến sự hình thành màng của hạt polyuretan. Để làm tăng hơn nữa độ bền cơ học của màng, có thể thêm các (poly)isoxyanat ưa nước vào hệ PUD trong suốt quá trình hình thành, và chúng có thể phản ứng với các gốc OH tự do có mặt trong bề mặt của hạt polyuretan trong bước làm khô, do đó sẽ dẫn đến liên kết chéo bổ sung của màng polyuretan.

Cả hai đặc tính cơ học và đặc tính cảm nhận của lớp phủ PUD vừa được tạo thành được xác định theo mức độ cốt lõi bằng cấu trúc tế bào của màng xốp polyuretan. Ngoài ra, cấu trúc tế bào của màng xốp polyuretan ảnh hưởng đến độ thấm trong không khí và khả năng hút thở của vật liệu. Các đặc tính đặc biệt tốt có thể đạt được ở đây bằng các tế bào rất mịn được phân bố đồng nhất. Cách làm ảnh hưởng thông thường của cấu trúc tế bào trong suốt quá trình hình thành được mô tả ở trên là thêm chất hoạt động bề mặt vào hệ PUD trước hoặc trong quá trình hình thành cơ học. Tác dụng đầu tiên của chất hoạt động bề mặt thích hợp là ở chỗ lượng không khí thích hợp có thể đưa vào hệ PUD trong quá trình hình thành. Thứ hai, chất hoạt động bề mặt có tác dụng trực tiếp lên hình thái học của các bong bóng không vừa được tạo ra. Độ ổn định của bong bóng không khí cũng bị ảnh hưởng bởi mức độ quyết định của loại chất hoạt động bề mặt. Điều này là đặc biệt quan trọng trong quá trình làm khô lớp phủ này PUD vừa được tạo xốp, do nó, theo cách này, có thể ngăn chặn tác dụng làm khô như làm thô tế bào hoặc nứt gãy khi làm khô.

Giải pháp kỹ thuật đã biết mô tả một số chất hoạt động bề mặt ionic và không phải ion mà có thể được sử dụng để tạo ra vật liệu composit vải sợi trên cơ sở PUD xốp. Được ưu tiên đặc biệt trong bản mô tả này là chất hoạt động bề mặt anion thông thường dựa trên cơ sở amoni stearat; ví dụ, xem US 2015/0284902 A1 hoặc US 2006/0079635 A1.

Tuy nhiên, việc sử dụng amoni stearat lại có nhiều bất lợi khác nhau. Trước hết, amoni stearat là nhạy với nước cứng. Trong thể phân tán chứa polyme chứa ion canxi, có thể tạo thành xà phòng canxi không hòa tan, điều này dẫn đến sự kết hạt hoặc

đồng tụ thể phân tán chứa polyme. Ngoài ra, da tổng hợp được tạo ra trên cơ sở amoni stearat, có bất lợi là xà phòng canxi có thể tạo ra ở bề mặt da tổng hợp khi tiếp xúc với nước cứng, và điều này được biểu thị bằng các đốm trắng. Đây là điều đặc biệt không mong muốn trong trường hợp da tổng hợp tối màu. Ngoài ra, amoni stearat có một bất lợi là ở chỗ nó có khả năng di chuyển khá cao trong màng polyuretan đã khô. Đặc biệt là khi tiếp xúc với nước, điều này có thể xảy ra với màng bôi trơn, được cho là khó chịu, xuất hiện ở bề mặt của lớp phủ da tổng hợp. Bất lợi khác của amoni stearat còn là ở chỗ, nó thường được sử dụng kết hợp với các chất hoạt động bề mặt khác để có thể đạt được độ ổn định tạo xốp cần thiết theo bất kỳ cách nào; giải pháp kỹ thuật đã biết mô tả sulphosuccinamat chẳng hạn. Các thành phần bổ sung này sẽ dẫn đến độ phức tạp khi sử dụng gia tăng.

Do đó, các vấn đề được đưa ra bởi sáng chế mà có thể tạo xốp một cách hữu hiệu hệ PUD mà không có những bất lợi nêu ở trên trong các giải pháp kỹ thuật đã biết là có liên quan đến việc sử dụng amoni stearat. Đáng ngạc nhiên là đã phát hiện ra rằng, việc sử dụng polyol este có thể giải quyết được vấn đề đã nêu.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế mô tả việc sử dụng polyol este làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước để tạo ra lớp phủ polyme xốp, tốt hơn là để tạo ra lớp phủ polyuretan xốp. Lớp polyme xốp được tạo ra theo sáng chế (tức là lớp phủ polyme xốp) ở đây tốt hơn là có lỗ xốp ở khoảng micromet, cỡ ô trung bình tốt hơn là là nhỏ hơn 150 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 120 μm , đặc biệt là tốt hơn là nhỏ hơn 100 μm , tốt nhất là nhỏ hơn 75 μm . Độ dày lớp được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 10 đến 10,000 μm , tốt hơn là trong khoảng 50-5000 μm , còn tốt hơn nữa là trong khoảng 75-3000 μm , đặc biệt là trong khoảng 100-2500 μm .

Việc sử dụng polyol este theo sáng chế đáng ngạc nhiên là có những lợi ích khác nhau.

Nó có thể tạo xốp một cách hiệu quả thể phân tán chứa polyme. Lớp xốp vừa được tạo thành rất đáng kể ở đây đối với cấu trúc lỗ đặc biệt mịn cùng với sự phân bố tế bào đặc biệt đồng nhất, tiếp theo nó sẽ có tác dụng cực kỳ thuận lợi lên các đặc tính cơ học và cảm nhận của lớp phủ polyme xốp mà được tạo ra trên cơ sở xốp này. Ngoài ra, theo cách này còn có thể làm cải thiện độ thấm trong không khí hoặc khả năng hít thở của lớp phủ.

Lợi ích khác của polyol este để sử dụng theo sáng chế là ở chỗ chúng có thể tạo ra xốp đặc biệt ổn định. Điều này trước hết sẽ có tác dụng có lợi lên khả năng xử lý của nó. Thứ hai, độ ổn định tạo xốp gia tăng sẽ có lợi ích ở chỗ, trong quá trình làm khô xốp tương ứng, những nhược điểm của quá trình làm khô như làm thô tế bào hoặc đứt gãy khi làm khô có thể tránh được. Ngoài ra, độ ổn định tạo xốp được cải thiện có thể sẽ làm cho việc làm khô xốp nhanh hơn, điều này sẽ đem lại tác dụng có lợi khi xử lý theo cả quan điểm về môi trường và quan điểm kinh tế.

Tác dụng có lợi khác nữa của polyol este để sử dụng theo sáng chế là ở chỗ chúng không có khả năng di chuyển lâu hơn vào màng polyme đã làm khô, đặc biệt là màng polyuretan, đặc biệt là khi (poly)isoxyanat (ưa nước) bổ sung được thêm vào hệ này trong khi làm khô.

Tác dụng khác nữa của polyol este để sử dụng theo sáng chế là ở chỗ chúng có thể dẫn đến làm tăng độ nhớt của thể phân tán đã được tạo xốp, chưa được làm khô. Đến lượt nó, nó có thể có tác dụng có lợi lên khả năng xử lý xốp. Hơn nữa, trong trường hợp mà có thể dẫn đến làm phân tán khi sử dụng chất làm đặc bổ sung để điều chỉnh độ nhớt của xốp, hoặc để làm giảm nồng độ sử dụng nó, điều này sẽ mang đến những lợi ích kinh tế.

Tác dụng có lợi khác nữa của polyol este để sử dụng theo sáng chế là ở chỗ chúng có độ nhạy thấp, trong bất kỳ trường hợp nào, với nước cứng.

Tác dụng có lợi khác nữa của polyol este để sử dụng theo sáng chế là ở chỗ chúng dẫn đến việc làm ổn định tạo xốp thích hợp trên cơ sở thể phân tán chứa polyme trong nước thậm chí khi không dùng thêm chất hoạt động bề mặt. Điều này có thể làm giảm mức độ phức tạp khi kết hợp chế phẩm xốp thích hợp ở tỷ lệ của người dùng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thuật ngữ “polyol este” trong toàn bộ bản mô tả này cũng bao hàm cả sản phẩm cộng được alkoxy hóa của nó, sản phẩm này có thể thu được nhờ phản ứng của polyol este với alkylen oxit, ví dụ etylen oxit, propylen oxit và/hoặc butylen oxit.

Thuật ngữ "polyol este" trong toàn bộ bản mô tả sáng chế này cũng bao hàm cả dẫn xuất ion của nó, tốt hơn là dẫn xuất được phosphoryl hóa và sulphat hóa, đặc biệt là polyol este được phosphoryl hóa. Các dẫn xuất này của polyol este, đặc biệt là polyol este được phosphoryl hóa, là polyol este có thể sử dụng được theo sáng chế. Các dẫn xuất này và dẫn xuất khác của polyol este được mô tả chi tiết sau đây, và có thể sử dụng được theo sáng chế này.

Sáng chế được mô tả tiếp và bằng các Ví dụ cụ thể sau đây, mà không nhằm làm giới hạn sáng chế ở những phương án mang tính minh họa. Trong phạm vi này, các công thức chung hoặc nhóm các hợp chất được mô tả cụ thể dưới đây, chúng chỉ nhằm minh họa không chỉ phạm vi hoặc nhóm các hợp chất tương ứng được đề cập đến ở đây, mà còn bao gồm cả các phân nhóm của các hợp chất mà có thể thu được bằng cách loại bỏ một số (khoảng) giá trị hoặc hợp chất này. Khi các tài liệu được trích dẫn trong bản mô tả sáng chế này, phần nội dung của nó, cụ thể là phần liên quan đến đối tượng mà tạo ra nội dung của tài liệu này được trích dẫn, nó sẽ được xem xét toàn thể để hình thành nên một phần mô tả của sáng chế. Trừ khi có quy định khác, phần trăm trên các hình vẽ là phần trăm theo khối lượng. Khi các thông số mà được xác định bằng các phép đo được thể hiện dưới đây, các phép đo này sẽ được xác định ở nhiệt độ là 25°C và áp suất là 101 325 Pa, trừ khi có quy định khác.

Trong bản mô tả sáng chế này, được ưu tiên đặc biệt là các polyeste mà có thể thu được bằng cách este hóa polyol bằng ít nhất một axit carboxylic. Nó tương ứng với một phương án được ưu tiên của sáng chế.

Polyol được ưu tiên được sử dụng để điều chế polyol este theo sáng chế được chọn từ nhóm bao gồm C_3 - C_8 polyol và oligome và/hoặc co-oligome của nó. Co-oligome thu được từ phản ứng của các polyol khác nhau, ví dụ từ phản ứng của propylen glycol với arabitol. Đặc biệt là polyol được ưu tiên ở đây là propan-1,3-diol, propylen glycol, glyxerol, trimetyloetan, trimetylolpropan, sorbitan, sorbitol, isosorbit, erythritol, threitol, pentaerythritol, arabitol, xylitol, ribitol, fuxitol, manitol, galactitol, iditol, inositol, volemitol và glucoza. Được đặc biệt ưu tiên hơn là glyxerol. Polyol oligome được ưu tiên là oligom của C_3 - C_8 polyol có 1-20, tốt hơn là có 2-10 và tốt hơn nữa là 2.5-8 đơn vị lặp. Được đặc biệt ưu tiên trong sáng chế này là diglyxerol, triglyxerol, tetraglyxerol, pentaglyxerol, dierythritol, trierythritol, tetraerythritol, di(trimetylolpropan), tri(trimetylolpropan) và di- và oligosaccarit. Được đặc biệt ưu tiên hơn là sorbitan và oligo- và/hoặc polyglyxerol. Cụ thể, có thể sử dụng hỗn hợp của các polyol khác nhau. Ngoài ra, còn có thể thu được các sản phẩm cộng được alkoxy hóa của C_3 - C_8 polyol, oligome và/hoặc co-oligome của nó để điều chế polyeste theo sáng chế, sản phẩm này có thể thu được nhờ phản ứng của C_3 - C_8 polyol, oligome và/hoặc co-oligome của nó với alkylen oxit, ví dụ etylen oxit, propylen oxit và/hoặc butylen oxit.

Để điều chế polyol este theo sáng chế, có thể sử dụng axit monocarboxylic và/hoặc axit di- và/hoặc tricarboxylic đa chức. Axit carboxylic được ưu tiên được sử dụng để điều chế polyol este theo sáng chế có dạng chung $R-C(O)OH$ trong đó R là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 21 và tốt hơn nữa là 9 đến 17 nguyên tử cacbon. Được đặc biệt ưu tiên trong sáng chế này là axit carboxylic được chọn từ axit butyric (axit butanoic), axit caproic (axit hexanoic), axit caprylic (axit octanoic), axit capric (axit

decanoic), axit lauric (axit dodecanoic), axit myristic (axit tetradecanoic), axit palmitic (axit hexadecanoic), axit stearic (axit octadecanoic), arachic acid (axit eicosanoic), axit behenic (axit docosanoic), axit lignoceric (axit tetracosanoic), axit palmitoleic (axit (Z)-9-hexadecenoic), axit oleic (axit (Z)-9-hexadecenoic), axit elaidic (axit (E)-9-octadecenoic), axit cis-vaccenic (axit (Z)-11-octadecenoic), axit linoleic (axit (9Z,12Z)-9,12-octadecadienoic), axit alpha-linolenic (axit (9Z,12Z,15Z)-9,12,15-octadecatrienoic), axit gamma-linolenic (axit (6Z,9Z,12Z)-6,9,12-octadecatrienoic), axit di-homo-gamma-linolenic (axit (8Z,11Z,14Z)-8,11,14-eicosatrienoic), axit arachidonic (axit (5Z,8Z,11Z,14Z)-5,8,11,14-eicosatetraenoic), axit erucic (axit (Z)-13-docosanoic), axit nervonic (axit (Z)-15-tetracosanoic), axit rixinoleic, axit hydroxystearic và axit undecylenic, và cả hỗn hợp của chúng, ví dụ axit dầu hạt cải, axit béo đậu nành, axit béo hướng dương, axit béo lạc và axit béo dầu nhựa thông. Được đặc biệt ưu tiên hơn là axit palmitic và axit stearic, và đặc biệt là hỗn hợp của các chất này.

Nguồn axit béo hoặc este của axit béo thích hợp, cụ thể là glyxerit, có thể là chất béo, dầu hoặc sáp từ thực vật hoặc động vật. Ví dụ, có thể sử dụng: mỡ lợn, mỡ bò, mỡ ngỗng, mỡ vịt, mỡ gà, mỡ ngựa, dầu cá voi, dầu cá, dầu cọ, dầu oliu, dầu bơ, dầu thịt hạt, dầu dừa, dầu thịt cọ, bơ ca cao, dầu hạt bông, dầu cá thái dương nước ngọt, dầu thịt ngô, dầu hướng dương, dầu mầm lúa mì, dầu hạt nho, dầu vừng, dầu hạt lanh, dầu đậu nành, dầu lạc, dầu đậu lupin, dầu hạt cải dầu, dầu mù tạc, dầu thầu dầu, dầu mè, dầu óc chó, dầu jojoba, lecithin, ví dụ trên cơ sở đậu nành, hạt cải dầu hoặc hạt hướng dương, dầu xương, dầu chân bò, dầu lưu ly, lanolin, dầu dừa điều, mỡ hươu, dầu cá marmot, dầu chồn vizon, dầu borage, dầu cây rum, dầu cây gai dầu, dầu bí đỏ, dầu hoa anh thảo, dầu cao, và cả sáp cây cọ sáp, sáp ong, sáp candelilla, sáp lông màu nâu (là một loại sáp thu được từ lá của cây cọ lông Brazil), sáp đường mía, sáp retamo (thu được từ loại thực vật *Bulnesia retama*), sáp caranday, sáp cọ sợi, sáp cỏ giấy, sáp cỏ linh lăng, sáp tre, sáp cây gai dầu, sáp cây linh sam, sáp lie, sáp cây sidan, sáp cây

lạnh, sáp cây bông, sáp sơn dầu, sáp cây trà, sáp cây cà phê, sáp cây gạo, sáp cây trúc đào, sáp ong hoặc sáp gỗ.

Ngoài ra, có thể có lợi khi axit di- và tricarboxylic đa chức hoặc anhydrit vòng của axit di- và tricarboxylic được sử dụng để điều chế polyol este theo sáng chế, bằng cách đó polyol polyeste có thể thu được. axit carboxylic bốn chức hoặc có số chức cao hơn hoặc anhydrit của nó có thể sử dụng tương tự theo bản mô tả của sáng chế này. Được ưu tiên là di- và/hoặc triaxit carboxylic béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh có chiều dài mạch là 2 đến 18 nguyên tử cacbon và/hoặc axit béo dime mà thu được bằng cách dime hóa xúc tác các axit béo chưa bão hòa có 12 đến 22 nguyên tử cacbon. Ví dụ về axit đa chức tương ứng là axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit brassylic, axit thapsic, axit tartronic, axit tartaric, axit malic hoặc axit citric. Đặc biệt là tốt hơn là, axit di- và tricarboxylic đa chức được sử dụng kết hợp với axit carboxylic đơn chức như được mô tả ở trên, bằng phương pháp này mà polyol este liên kế chéo một phần có thể thu được.

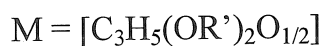
Theo phương án được đặc biệt ưu tiên của sáng chế, polyol este được chọn từ nhóm bao gồm sorbitan este và/hoặc polyglyxerol este. Được đặc biệt ưu tiên hơn là polyglyxerol este, cụ thể polyglyxerol palmitat và polyglyxerol stearat và hỗn hợp của các chất này.

Được đặc biệt ưu tiên trong sáng chế này là polyglyxerol este có công thức chung 1:



Công thức 1

trong đó:





$a = 1$ đến 10 , tốt hơn là 2 đến 3 , đặc biệt là tốt hơn là 2 ,

$b = 0$ đến 10 , tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5 , đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4 ,

$c = 0$ đến 3 , tốt hơn là 0 ,

trong đó gốc R' độc lập là các gốc giống nhau hoặc khác nhau có dạng $R''-C(O)-$ hoặc H ,

trong đó R'' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 21 và tốt hơn nữa là 9 đến 17 nguyên tử cacbon,

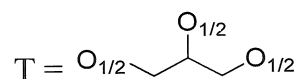
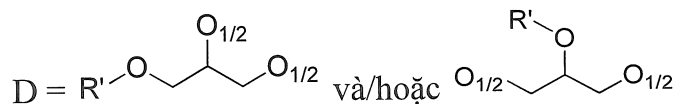
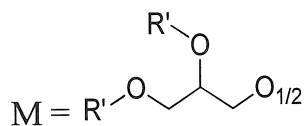
trong đó ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$.

Thậm chí được ưu tiên hơn nữa là polyglyxerol este có công thức chung 2:



Công thức 2

trong đó:



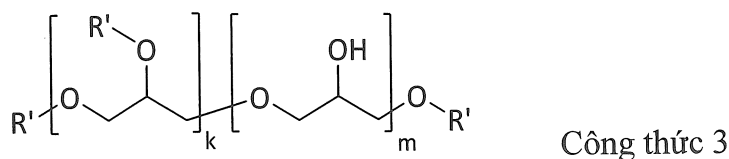
$x = 1$ đến 10 , tốt hơn là 2 đến 3 , đặc biệt là tốt hơn là 2 ,

$y = 0$ đến 10, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4,

$z = 0$ đến 3, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 2, đặc biệt là tốt hơn là 0,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' không phải là hydro, mặc dù R' vẫn như được xác định trong Công thức 1.

Được ưu tiên hơn nữa là polyglyxerol este có công thức chung 3:



trong đó:

$k = 1$ đến 10, tốt hơn là 2 đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$m = 0$ đến 10, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 3,

với điều kiện là ít nhất một trong số các gốc R' là gốc ở dạng $R''-C(O)$, và sao cho tổng của $k + m$ là lớn hơn 0 và các phần có chỉ số k và m được phân bố theo ý nghĩa thống kê.

Trong bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ “polyglyxerol” được hiểu cụ thể là tương ứng với polyglyxerol mà còn có thể chứa glyxerol. Do đó, vì mục đích tính toán lượng, khối chất và các yếu tố tương tự khác, phân đoạn glyxerol bất kỳ cũng nên được dùng kết hợp. Do đó, trong bản mô tả sáng chế này, polyglyxerol cũng là hỗn hợp chứa ít nhất một glyxerol oligome và glyxerol. Glyxerol oligome nên được hiểu trong mỗi trường hợp là có nghĩa cấu trúc tương đương, tức là, ví dụ, hợp chất mạch thẳng, mạch nhánh và mạch vòng.

Sự phân bố ngẫu nhiên góp phần tạo nên khối có số khối mong muốn bất kỳ và có thứ tự mong muốn, hoặc sự phân bố ngẫu nhiên; chúng còn có thể có cấu trúc thay đổi, hoặc còn tạo ra gradient dọc theo mạch; cụ thể, chúng còn có thể cấu thành nên dạng hỗn hợp bất kỳ trong đó các nhóm phân bố khác nhau có thể tùy ý kết hợp với nhóm khác. Bản chất của các phương án cụ thể là có thể tạo nên sự giới hạn cho sự phân bố ngẫu nhiên. Trong tất cả các vùng không bị ảnh hưởng bởi những giới hạn này, không có sự thay đổi về sự phân bố ngẫu nhiên.

Tốt hơn là, polyglyxerol este có thể được sử dụng theo sáng chế không chứa nhiều hơn 4, tốt hơn nữa là không nhiều hơn 3 và thậm chí còn tốt hơn nữa là không nhiều hơn 2 gốc R' có dạng $R''-C(O)-$. Đặc biệt là tốt hơn là, gốc R' được chọn từ nhóm bao gồm axit carboxylic như được mô tả ở trên.

Theo phương án được ưu tiên hơn của sáng chế, polyglyxerol este được sử dụng làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước là các chất có thể thu được bằng phản ứng của ít nhất một polyglyxerol với ít nhất một axit carboxylic như được mô tả ở trên. Các điều kiện phản ứng thích hợp cho phản ứng này là nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 200 đến 260°C và tốt hơn là áp suất giảm nằm trong khoảng từ 20 đến 800 mbar, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 500 mbar, để có thể dễ dàng loại bỏ nước.

Trong các thuật ngữ cấu trúc, polyol este có thể được đặc trưng bằng các hệ số hóa học ước, ví dụ số nhóm hydroxyl của nó, chỉ số axit của nó và số lần thủy phân của nó. Phương pháp thích hợp để xác định số nhóm hydroxyl là phương pháp cụ thể theo DGF C-V 17 a (53), Ph. Eur. 2.5.3 Method A và DIN 53240, Phương pháp thích hợp để xác định chỉ số axit là phương pháp cụ thể theo DGF C-V 2, DIN EN ISO 2114, Ph. Eur. 2.5.1, ISO 3682 và ASTM D 974. Phương pháp thích hợp để xác định số lần thủy phân cụ thể là phương pháp theo DGF C-V 3, DIN EN ISO 3681 và Ph. Eur. 2.5.6.

Được ưu tiên theo sáng chế và tương ứng với phương án được ưu tiên đặc biệt của sáng chế, để điều chế polyglyxerol este, polyglyxerol có độ ngưng tụ trung bình là 1-20, tốt hơn là trong khoảng 2-10 và tốt hơn nữa là từ 2,5-8 được sử dụng. Độ ngưng tụ trung bình N có thể được xác định ở đây dựa trên cơ sở chỉ số OH (OHN , theo mg KOH/g) của polyglyxerol và theo công thức sau đây:

$$N = \frac{112200 - 18 \cdot OHN}{75 \cdot OHN - 56100}$$

Chỉ số OH của polyglyxerol có thể được xác định ở đây như được mô tả ở trên. Do đó, polyglyxerol được ưu tiên để điều chế polyglyxerol este theo sáng chế tốt hơn là chất có số nằm trong khoảng từ 1829 đến 824, tốt hơn nữa là từ 1352 đến 888 và đặc biệt là tốt hơn là trong khoảng từ 1244 đến 920 mg KOH/g.

Polyglyxerol được sử dụng có thể được tạo ra ở đây bằng các phương pháp thông thường khác nhau, ví dụ polyme hóa glyxidol (ví dụ được xúc tác bằng bazơ), polyme hóa epichlorhydrin (ví dụ với sự có mặt của bazơ như NaOH) hoặc đa ngưng tụ glyxerol. Theo sáng chế, được ưu tiên là tạo ra polyglyxerol bằng cách ngưng tụ glyxerol, đặc biệt là với sự có mặt của lượng xúc tác bazơ, đặc biệt là NaOH hoặc KOH. Các điều kiện phản ứng thích hợp là nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 và 260°C và áp suất giảm nằm trong khoảng từ 20 đến 800 mbar, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 50 đến 500 mbar, để dễ dàng loại bỏ nước. Hơn nữa, các loại polyglyxerol khác nhau có trên thị trường có thể mua được, ví dụ từ Solvay, Inovyn, Daicel và Spiga Nord S.p.A.

Cả hai phản ứng của polyglyxerol và axit carboxylic, đặc biệt là axit béo và/hoặc este của axit béo (ví dụ triglyxerit), và với điều kiện là polyglyxerol có thể được tạo ra bằng các quy trình thực tiễn rộng rãi mà chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết. Các quy trình tương ứng được mô tả trong tài liệu, ví dụ, Römpp – Chemie Lexikon (Thieme-Verlag, 1996).

Sorbitan este được ưu tiên trong bản mô tả này là các chất mà thu được nhờ phản ứng của sorbitol hoặc dung dịch sorbitol trong nước với ít nhất một axit carboxylic như được mô tả ở trên ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 260°C, tùy ý với sự có mặt của chất xúc tác thích hợp, chủ yếu sẽ tạo ra hỗn hợp của 1,4- và 1,5-sorbitan este. Các quy trình tương ứng được mô tả trong tài liệu, ví dụ, Römpp – Chemie Lexikon (Thieme-Verlag, 1996).

Rõ ràng rằng, thuật ngữ "polyol este" trong toàn bộ bản mô tả sáng chế này cũng bao hàm cả dẫn xuất ion của nó, tốt hơn là dẫn xuất được phosphoryl hóa và sulphat hóa, đặc biệt là polyol este được phosphoryl hóa. Polyol este được phosphoryl hóa có thể thu được ở đây nhờ phản ứng của polyol este với tác nhân phosphoryl hóa và tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, tiếp theo trung hòa (cụ thể xem tài liệu Industrial Applications of Chất hoạt động bề mặt. II. Preparation và Industrial Applications of Phosphat Este. Edited by D. R. Karsa, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1990). Tác nhân phosphoryl hóa được ưu tiên trong bản mô tả này là phospho oxyclorea, phospho pentoxit (P_4O_{10}) và tốt hơn nữa là axit polyphosphoric. Thuật ngữ "polyol este được phosphoryl hóa" trong toàn bộ phạm vi của sáng chế này cũng bao gồm polyol este được phosphoryl hóa một phần, và thuật ngữ "polyol este được sulphat hóa" trong toàn bộ phạm vi của sáng chế này cũng bao gồm polyol este được sulphat hóa một phần.

Ngoài ra, còn có thể thu được dẫn xuất ion của polyol este trong toàn bộ bản mô tả này nhờ phản ứng của polyeste với axit di- hoặc tricarboxylic hoặc anhydrit vòng tương ứng, tốt hơn nữa là anhydrit succinic, và tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, trung hòa. Các polyol este này có thể được sử dụng theo cách ưu tiên trong bản mô tả sáng chế này.

Hơn nữa, còn có thể thu được dẫn xuất ion của polyol este trong toàn bộ bản mô tả này nhờ phản ứng của polyeste với axit di- hoặc tricarboxylic chưa bão hòa hoặc anhydrit vòng tương ứng và sulphonat hóa tiếp và tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, trung hòa.

Các polyol este này còn có thể được sử dụng như được đặc biệt ưu tiên trong bản mô tả sáng chế này.

Thuật ngữ "trung hòa" trong toàn bộ sáng chế này cũng bao gồm cả trung hòa một phần. Để trung hòa, bao gồm cả trung hòa một phần, có thể sử dụng các bazơ thông thường. Các bazơ này bao gồm hydroxit kim loại hòa tan trong nước, ví dụ bari hydroxit, stronti hydroxit, canxi hydroxit, thali(I) hydroxit và tốt hơn là hydroxit của kim loại kiềm mà phân ly thành các ion kim loại và hydroxit tự do trong dung dịch nước, đặc biệt là NaOH và KOH. Các bazơ này còn bao gồm bazơ khan mà sẽ phản ứng với nước để tạo ra các ion hydroxit, ví dụ bari oxit, stronti oxit, canxi oxit, lithi oxit, oxit bạc và amoniac. Cũng như các loại chất kiềm nêu trên, các chất có thể được sử dụng làm bazơ còn là các chất mà thường tạo ra phản ứng kiềm khi phân ly trong nước mà không cần có HO⁻ (trong hợp chất rắn); ví dụ về các chất loại này bao gồm amin như mono-, di- và trialkylamin, chất này còn có thể là các gốc alkyl được chức hóa như, ví dụ, trong trường hợp amit amin, mono-, di- và trialkanolamin, mono-, di- và triaminoalkylamin, và, ví dụ, muối của các axit yếu, như kali xyanua, kali cacbonat, natri cacbonat, trinatri phosphat, v.v.

Liên quan đến dẫn xuất ion của polyol este theo sáng chế, được đặc biệt ưu tiên hơn là sorbitan este được phosphoryl hóa và/hoặc polyglyxerol este được phosphoryl hóa, cụ thể polyglyxerol este được phosphoryl hóa. Cụ thể hơn, polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa và được trung hòa và polyglyxerol palmitat và hỗn hợp của hai chất này là dẫn xuất ion được ưu tiên của polyol este trong sáng chế này.

Phương án được đặc biệt ưu tiên của sáng chế bao gồm việc sử dụng theo sáng chế polyol este có công thức 1, 2 và/hoặc 3, như được xác định ở trên, với điều kiện bổ sung là chúng phải được phosphoryl hóa (ít nhất một phần), sao cho các polyeste có công thức 1, 2 và/hoặc 3 này đặc biệt mang ít nhất một gốc (R'''O)₂P(O)- như gốc R', trong đó gốc R''' độc lập là cation, tốt hơn là Na⁺, K⁺ hoặc NH₄⁺, hoặc ion amoni của

mono-, di- và trialkylamin, chất này còn có thể là các gốc alkyl được chức hóa như, ví dụ, trong trường hợp amit amin, mono-, di- và trialkanolamin, mono-, di- và triaminoalkylamin, hoặc H hoặc R^{'''}-O-,

trong đó, R^{'''} là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 22 và tốt hơn nữa là 9 đến 18 nguyên tử cacbon hoặc gốc polyol.

Trong trường hợp polyol este được sulphat hóa, được ưu tiên đặc biệt là các chất mà có thể thu được nhờ phản ứng của polyol este với lưu huỳnh trioxit hoặc axit amidosulphonic. Được ưu tiên là sorbitan este được sulphat hóa và/hoặc polyglyxerol este được sulphat hóa, đặc biệt là polyglyxerol stearat được sulphat hóa và polyglyxerol palmitat được sulphat hóa và hỗn hợp của hai chất này. Theo phương án được đặc biệt ưu tiên của sáng chế, polyeste không được sử dụng ở dạng nguyên chất mà được trộn với ít nhất một chất đồng hoạt động bề mặt làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước. Chất đồng hoạt động bề mặt được ưu tiên theo sáng chế là, ví dụ, amit của axit béo, rượu alkoxylat, ví dụ rượu etoxylat béo, nonylphenol etoxylat, copolyme khối etylen oxit-propylen oxit, betain, ví dụ amidopropyl betain, amin oxit, chất hoạt động bề mặt amoni bậc bốn hoặc amphoaxetat. Ngoài ra, chất đồng hoạt động bề mặt có thể bao gồm chất hoạt động bề mặt trên cơ sở silicon, ví dụ chất hoạt động bề mặt trisiloxan hoặc polyete siloxan.

Chất đồng hoạt động bề mặt được đặc biệt ưu tiên là chất đồng hoạt động bề mặt ion, tốt hơn là chất đồng hoạt động bề mặt anion. Chất đồng hoạt động bề mặt inon được ưu tiên ở đây là muối amoni và/hoặc muối kim loại kiềm của axit béo, alkyl sulphat, alkyl ete sulphat, alkylsulphonat, alkylbenzensulphonat, alkyl phosphat, alkyl sulphosuccinat, alkyl sulphosuccinamat và alkyl sarcosinat. Được đặc biệt ưu tiên trong sáng chế này là alkyl sulphat có 12-20 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là có 14-18 nguyên tử cacbon, thậm chí tốt hơn nữa là có nhiều hơn 16-18 nguyên tử cacbon. Trong trường hợp muối amoni và/hoặc muối kim loại kiềm của axit béo, được ưu tiên

khi chúng chứa ít hơn 25% khối lượng muối stearat, và đặc biệt là không chứa muối stearat.

Trong trường hợp sử dụng chất đồng hoạt động bề mặt, được đặc biệt ưu tiên là khi tỷ lệ của chất đồng hoạt động bề mặt trên cơ sở tổng lượng polyol este cùng với chất đồng hoạt động bề mặt là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 30% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 25% khối lượng.

Như đã được mô tả, sáng chế đề xuất việc sử dụng polyol este làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước để tạo ra lớp phủ polyme xốp. Thể phân tán chứa polyme ở đây tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm thể phân tán polystyren trong nước, thể phân tán polybutadien, poly(met)acrylat thể phân tán, thể phân tán polyvinyl este và thể phân tán polyuretan. Hàm lượng rắn của các thể phân tán này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 70% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 65% khối lượng. Được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế là sử dụng polyol este làm chất phụ trợ trong thể phân tán polyuretan trong nước. Được ưu tiên đặc biệt hơn ở đây là thể phân tán polyuretan trên cơ sở polyeste polyol, polyeste amit polyol, polycacbonat polyol, polyaxetal polyol và polyete polyol.

Nồng độ của polyol este được sử dụng theo sáng chế trong thể phân tán chứa polyme trong nước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,4 đến 10% khối lượng, đặc biệt là tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7.5% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của thể phân tán.

Polyol este có thể được thêm vào thể phân tán trong nước ở dạng nguyên chất hoặc được pha loãng trong dung môi thích hợp. Dung môi được ưu tiên ở đây được chọn từ nước, propylen glycol, dipropylen glycol, polypropylen glycol, butyldiglycol, butyltriglycol, etylen glycol, dietylen glycol, polyetylen glycol, polyalkylen glycols

trên cơ sở EO, PO, BO và/hoặc SO, và hỗn hợp của các chất này. Trong trường hợp dung dịch nước hoặc hỗn hợp của polyol este theo sáng chế, có thể có lợi khi hợp chất hướng nước được thêm vào hỗn hợp để làm cải thiện các đặc tính của chế phẩm (độ nhớt, độ đồng nhất, v.v.). Hợp chất hướng nước ở đây là hợp chất hữu cơ hòa tan trong nước chứa một phần ưa nước và một phần kỵ nước, nhưng có khối lượng phân tử rất thấp để có được các đặc tính của chất hoạt động bề mặt. Các hợp chất này sẽ dẫn đến làm cải thiện độ hòa tan hoặc các đặc tính hòa tan của các chất hữu cơ, đặc biệt là chất hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm nước. Thuật ngữ "hợp chất hướng nước" là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Hợp chất hướng nước được ưu tiên trong bản mô tả sáng chế này là toluensulphonat kim loại kiềm và amoni toluensulphonat, xylensulphonat kim loại kiềm và amoni xylensulphonat, naphtalensulphonat kim loại kiềm và amoni naphtalensulphonat, cumensulphonat kim loại kiềm và amoni cumensulphonat, và phenol alkoxylat, đặc biệt là phenyl etoxylat, có tối đa 6 đơn vị alkoxylat.

Cũng như polyol este theo sáng chế, thể phân tán chứa polyme trong nước còn có thể chứa các chất phụ trợ khác, ví dụ chất độn, chất màu hữu cơ và vô cơ, tác nhân nổi, chất làm ổn định như chất làm ổn định thủy phân hoặc chất làm ổn định UV, chất chống oxy hóa, chất hấp thụ, chất liên kết chéo, chất phụ trợ làm phẳng, chất làm đặc hoặc tùy ý other chất đồng hoạt động bề mặt như được mô tả ở trên.

Trong sáng chế này, còn được ưu tiên đặc biệt trong mỗi trường hợp của sáng chế là sử dụng:

(a) polyglyxerol este, đặc biệt là polyglyxerol palmitat và/hoặc polyglyxerol stearat, trong hỗn hợp với chất đồng hoạt động bề mặt anion, tốt hơn là alkyl sulphat, tốt nhất là xetearyl sulphat,

hoặc sử dụng

(b) sản phẩm của phản ứng polyglyxerol este với axit di- hoặc tricarboxylic hoặc anhydrit vòng tương ứng, tốt hơn nữa là anhydrit succinic, và tiếp theo trung hòa, như, cụ thể hơn, kim loại kiềm polyglyxerol palmitat succinat và/hoặc kim loại kiềm polyglyxerol stearat succinat,

hoặc sử dụng

(c) polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa và được trung hòa và/hoặc polyglyxerol palmitat được phosphoryl hóa và được trung hòa.

Thuận lợi là, polyglyxerol este theo sáng chế, đặc biệt là các chất nêu trên, được sử dụng làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước dưới dạng hỗn hợp trong dung môi, dung môi được sử dụng tốt nhất là nước. Đến lượt mình, tốt hơn là khi hỗn hợp tương ứng chứa polyglyxerol este theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 10%-50% khối lượng, tốt hơn nữa là 15%-40% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là 20%-30% khối lượng.

Tốt hơn là, polyol este theo sáng chế được sử dụng trong thể phân tán chứa polyme trong nước dưới dạng axit tạo xốp hoặc chất làm ổn định tạo xốp để tạo xốp cho thể phân tán. Tuy nhiên, ngoài ra, chúng cũng có thể được sử dụng làm chất hỗ trợ làm khô, chất phụ trợ làm phẳng, tác nhân tạo ẩm và chất phụ trợ lưu biến.

Như được mô tả ở trên, vì polyol este dẫn đến sự cải thiện khác biệt về lớp phủ polyme xốp được tạo ra từ thể phân tán chứa polyme trong nước, sáng chế cũng tạo ra thể phân tán chứa polyme trong nước chứa ít nhất một trong số các polyol este theo sáng chế, như được mô tả chi tiết trên đây.

Sáng chế còn đề xuất lớp polyme xốp mà được tạo ra từ thể phân tán chứa polyme trong nước, thu được bằng cách sử dụng polyol este theo sáng chế làm chất phụ trợ, như được mô tả chi tiết trên đây.

Tốt hơn là, lớp phủ polyme xốp theo sáng chế có thể thu được bằng quy trình bao gồm các bước:

- a) tạo ra hỗn hợp chứa thể phân tán chứa polyme trong nước, như được mô tả ở trên, ít nhất một trong số các polyol este theo sáng chế và tùy ý các chất phụ trợ khác,
- b) tạo xốp hỗn hợp để thu được xốp dạng ô mịn, đồng nhất,
- c) tùy ý thêm ít nhất một chất làm đặc để tạo ra độ nhớt của xốp ẩm,
- d) tiến hành phủ thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp trên chất mang thích hợp,
- e) làm khô lớp phủ này.

Theo cấu hình được ưu tiên, đặc biệt là xét theo polyol este có thể sử dụng được theo quy trình và thể phân tán chứa polyme trong nước có thể sử dụng được, được ưu tiên là theo phần mô tả ở trên và cũng theo các phương án được ưu tiên nêu trên, đặc biệt là như được nêu cụ thể trong các điểm Yêu cầu bảo hộ từ 2 đến 10.

Rõ ràng rằng, các bước của quy trình theo sáng chế như được nêu ở trên là không chỉ nhằm cho trình tự cố định bất kỳ. Ví dụ, bước c) của quy trình có thể được thực hiện ở giai đoạn sớm, tại cùng thời điểm với bước a) của quy trình.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, trong bước b) của quy trình, khi thể phân tán chứa polyme trong nước được tạo xốp bằng cách áp dụng lực cắt cao. Việc tạo xốp ở đây có thể được thực hiện với sự hỗ trợ của đơn vị cắt mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã biết, ví dụ máy khuấy trộn Dispermat, máy làm hòa tan, máy khuấy trộn Hansa hoặc máy khuấy trộn Oakes.

Còn được ưu tiên là khi xốp ẩm được tạo thành ở giai đoạn cuối của bước c) của quy trình có độ nhớt là ít nhất là 3, tốt hơn là ít nhất là 5, tốt hơn nữa là ít nhất là 7,5 và thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất là 10Pa.s. Độ nhớt của xốp có thể được xác định ở đây, ví dụ, với sự trợ giúp của máy đo độ nhớt Brookfield, LVTD model, được trang bị con quay LV-4. Phương pháp thử nghiệm tương ứng để xác định độ nhớt của xốp ẩm là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như đã được mô tả ở trên, chất làm đặc bổ sung có thể được thêm vào hệ thống để điều chỉnh độ nhớt của xốp ẩm.

Tốt hơn là, chất làm đặc mà có thể được sử dụng thuận lợi trong bản mô tả của sáng chế được chọn từ nhóm gồm các chất làm đặc kết hợp. Chất làm đặc kết hợp ở đây là chất mà dẫn đến tác dụng làm đặc nhờ sự kết hợp ở bề mặt của các hạt có mặt trong thể phân tán chứa polyme. Thuật ngữ này là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chất làm đặc kết hợp được ưu tiên ở đây được chọn từ polyuretan chất làm đặc, chất làm đặc polyacrylat được biến đổi kỵ nước, chất làm đặc polyete được biến đổi kỵ nước và xenluloza ete được biến đổi kỵ nước. Được đặc biệt ưu tiên hơn là polyuretan chất làm đặc. Ngoài ra, còn được ưu tiên trong bản mô tả sáng chế này khi nồng độ của chất làm đặc trên cơ sở toàn bộ thành phần của thể phân tán là nằm trong khoảng từ 0,01-10% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05-5% khối lượng, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,1-3% khối lượng.

Trong bản mô tả sáng chế này, còn được ưu tiên hơn nữa là khi, trong bước d) của quy trình, lớp phủ thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp với độ dày của lớp phủ là 10-10.000 μm , tốt hơn là trong khoảng 50-5000 μm , tốt hơn nữa là 75-3000 μm , thậm chí tốt hơn nữa là of 100-2500 μm , sẽ được tạo ra. Việc phủ thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp có thể thu được bằng các phương pháp mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết, ví dụ, phủ phủ dao. Ở đây còn có thể sử dụng quy trình phủ trực tiếp hoặc gián tiếp (được gọi là phủ chuyển tiếp).

Cũng được ưu tiên trong bản mô tả sáng chế này là khi, trong bước e) của quy trình, việc làm khô thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp và phủ được thực hiện ở nhiệt độ gia tăng.

the drying of xóped và coated polymer thể phân tán is effected at elevated temperatures. Theo sáng chế, được ưu tiên là nhiệt độ làm khô là tối thiểu 50°C, tốt hơn là 60°C, tốt hơn nữa là ít nhất 70°C. Ngoài ra, còn có thể làm khô thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp và phủ trong nhiều giai đoạn ở các nhiệt độ khác nhau, để tránh sự xuất hiện nhược điểm của việc làm khô. Kỹ thuật làm khô tương ứng là phổ biến trong nền công nghiệp và là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như đã được mô tả, các bước của c)-e) quy trình có thể được thực hiện với sự trợ giúp của các phương pháp được thực hành rộng rãi đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tổng quan về vấn đề này được nêu trong, ví dụ, tài liệu “Coated và laminated Textiles” (Walter Fung, CR-Press, 2002).

Trong bản mô tả sáng chế này, được ưu tiên đặc biệt là lớp phủ polyme xốp chứa polyol este, có cỡ ô trung bình nhỏ hơn 250 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 150 μm , đặc biệt là tốt hơn là nhỏ hơn 100 μm , tốt nhất là nhỏ hơn 75 μm . Tốt hơn là, cỡ ô trung bình có thể được xác định bằng kính hiển vi, tốt hơn là bằng phép hiển vi electron. Đối với mục đích này, đoạn ngang của lớp phủ polyme xốp được quan sát bằng kính hiển vi với hệ số phóng đại thích hợp và kích cỡ ít nhất 25 ô là chắc chắn. Để thu được số liệu thống kê thích hợp cho phương pháp đánh giá này, hệ số phóng đại của kính hiển vi tốt hơn là nên được chọn sao cho ít nhất 10 x 10 ô là có mặt trong mỗi trường quan sát. Tiếp theo, cỡ ô trung bình được tính toán theo phương pháp số học cho các ô và cỡ ô quan sát được. Phép xác định cỡ ô này bằng kính hiển vi là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Lớp polyme xốp (hoặc lớp phủ polyme) theo sáng chế, chứa polyol este, có thể được sử dụng, ví dụ, trong công nghiệp vải dệt, ví dụ đối với vật liệu da tổng hợp, trong nền công nghiệp xây dựng, trong công nghiệp điện tử, ví dụ cho vòng đệm được tạo xốp, trong công nghiệp thể thao, ví dụ để tạo ra thảm thể thao, hoặc trong công nghiệp ô tô.

Sáng chế còn đề cập đến polyol este được phosphoryl hóa có thể thu được bằng este hóa polyol, tốt hơn là polyglyxerol và/hoặc sorbitan, với ít nhất một axit carboxylic và tiếp theo cho phản ứng với tác nhân phosphoryl hóa và tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, tiếp theo trung hòa,

trong đó, tác nhân phosphoryl hóa đặc biệt là chứa phospho oxyclorea, phospho pentoxit (P_4O_{10}) và/hoặc axit polyphosphoric. Thuật ngữ "polyol este được phosphoryl hóa" ở đây và sau đây, cũng bao hàm, polyol este được phosphoryl hóa một phần. Thuật ngữ "trung hòa", ở đây và sau đây, cũng bao hàm việc trung hòa một phần. Bazơ được ưu tiên có thể được sử dụng để trung hòa cũng đã được trích dẫn ở trên.

Liên quan đến cấu hình được ưu tiên, đặc biệt là về polyol và axit carboxylic có thể sử dụng ưu tiên, tham khảo phần mô tả ở trên và cấu hình được ưu tiên được nêu trong sáng chế này, để tránh sự lặp lại không cần thiết.

Polyol este được phosphoryl hóa được ưu tiên đặc biệt là polyglyxerol este được phosphoryl hóa, tốt hơn là polyglyxerol este được phosphoryl hóa và được trung hòa, đặc biệt là polyglyxerol palmitat được phosphoryl hóa và được trung hòa, polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa và được trung hòa hoặc hỗn hợp của các chất này. Được ưu tiên đặc biệt hơn là sorbitan este được phosphoryl hóa, tốt hơn là sorbitan este được phosphoryl hóa và được trung hòa.

Polyglyxerol được ưu tiên sử dụng để điều chế polyglyxerol este có chỉ số OH là 1829-824, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 1352-888 và đặc biệt là tốt hơn là trong khoảng 1244-920 mg KOH/g.

Polyol este được phosphoryl hóa, tốt hơn là polyglyxerol este được phosphoryl hóa, đặc biệt là polyglyxerol este được phosphoryl hóa và được trung hòa, có thể có tác dụng tạo xốp rất đặc biệt cho hệ PUD, liên quan đến tất cả các lợi ích đã được nêu ngay từ đầu.

Đối tượng được nêu ở trên, polyol este được phosphoryl hóa, có thể được sử dụng theo cách rất có lợi để thực hiện mục đích được nêu trong các điểm 1-10 Yêu cầu bảo hộ (tức là việc sử dụng theo sáng chế), điểm 11 (tức là quy trình theo sáng chế) và điểm 12 (tức là lớp phủ polyme theo sáng chế).

Sáng chế còn đề cập đến polyol este được sulphat hóa, đặc biệt là polyglyxerol este được sulphat hóa, tốt hơn là có thể thu được bằng cách cho polyol este, tốt hơn là polyglyxerol este, phản ứng với lưu huỳnh trioxit hoặc axit amidosulphonic. Cách này cũng có thể tạo xốp hiệu quả cho hệ PUD, liên quan đến tất cả các lợi ích đã nêu ngay từ đầu. Đối tượng này, polyol este được sulphat hóa, cũng có thể được sử dụng theo cách rất có lợi để thực hiện mục đích theo các điểm từ 1 đến 12 Yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn đề cập đến polyol este được phosphoryl hóa thu được bằng cách

(a) este hóa a polyol, tốt hơn là polyglyxerol và/hoặc sorbitan, đặc biệt là polyglyxerol, với ít nhất một axit carboxylic và

(b) cho phản ứng tiếp với tác nhân phosphoryl hóa và

(c) tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, trung hòa tiếp,

trong đó tác nhân phosphoryl hóa đặc biệt là chứa phospho oxyclorua, phospho pentoxit (P_4O_{10}) và/hoặc axit polyphosphoric.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, khác biệt nữa của polyol este được phosphoryl hóa là ở chỗ polyglyxerol este được phosphoryl hóa và/hoặc sorbitan este được phosphoryl hóa, tốt hơn là polyglyxerol este được phosphoryl hóa và được trung hòa và/hoặc sorbitan este được phosphoryl hóa và được trung hòa, đặc biệt là polyglyxerol palmitat được phosphoryl hóa và được trung hòa, polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa và được trung hòa hoặc hỗn hợp của các chất này.

Khi polyglyxerol được sử dụng để điều chế polyglyxerol este có chỉ số OH nằm trong khoảng từ 1829 đến 824, tốt hơn nữa là trong khoảng 1352-888 và đặc biệt là tốt hơn là trong khoảng 1244-920 mg KOH/g, nó cũng là một phương án được ưu tiên của sáng chế.

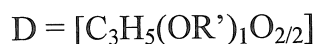
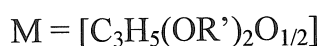
Liên quan đến cấu hình được ưu tiên hơn, tham khảo phần mô tả ở trên.

Sáng chế còn đề cập đến polyglyxerol este được phosphoryl hóa có công thức chung 1a:



Công thức 1a

trong đó:



$a = 1$ đến 10, tốt hơn là 2 đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$b = 0$ đến 10, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4,

$c = 0$ đến 3, tốt hơn là 0,

trong đó gốc R' độc lập là các gốc giống nhau hoặc khác nhau có dạng $(R'''\text{O})_2\text{P(O)-}$, $R''\text{-C(O)-}$ hoặc H,

trong đó R'' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 21 và tốt hơn nữa là 9 đến 17 nguyên tử cacbon,

trong đó, ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''\text{-C(O)-}$ và trong đó ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''\text{O})_2\text{P(O)-}$,

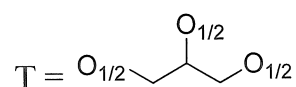
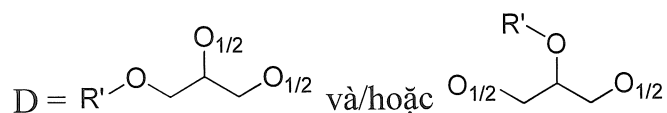
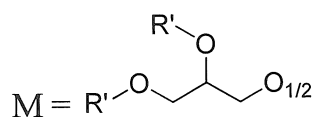
trong đó, gốc R''' độc lập là các cation, tốt hơn là Na^+ , K^+ hoặc NH_4^+ , hoặc ion amoni của mono-, di- và trialkylamin, chất này còn có thể là các gốc alkyl được chức hóa như, ví dụ, trong trường hợp amit amin, mono-, di- và trialkanolamin, of mono-, di- và triaminoalkylamin, hoặc H hoặc $R''''\text{-O-}$,

trong đó, R''' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 22 và tốt hơn nữa là 9 đến 18 nguyên tử cacbon hoặc gốc polyol,

và/hoặc có công thức chung 2a:



trong đó:



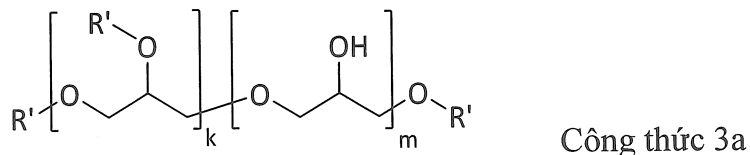
$x = 1$ đến 10, tốt hơn là 2 đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$y = 0$ đến 10, tốt hơn là 0 lớn hơn đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4,

$z = 0$ đến 3, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 2, đặc biệt là tốt hơn là 0,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$ và ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''O)_2P(O)-$, trong khi R' như được xác định ở trên,

và/hoặc có công thức chung 3a:



trong đó:

$k = 1$ đến 10, tốt hơn là 2 đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$m = 0$ đến 10, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 3,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$ và ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''O)_2P(O)-$, và sao cho tổng của $k + m$ là lớn hơn 0 và các phần có chỉ số k và m được phân bố theo ý nghĩa thống kê. Liên quan đến cấu hình được ưu tiên, tham khảo phần mô tả ở trên.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Chất:

Impranil® DLU: thể phân tán polycacbonat este-polyete-polyuretan béo mua từ Covestro

Impranil® DL 1537: thể phân tán polyeste-polyuretan béo mua từ Covestro

Impranil® DL 1554: thể phân tán polyeste-polyuretan béo mua từ Covestro

Impranil® RSC 1380: thể phân tán polyeste-polyuretan mua từ Covestro

Bayhydur® 3100: polyisoxyanat béo ưa nước mua từ Covestro

Stokal® STA: amoni stearat (khoảng 30% in H₂O) mua từ Bozetto

Stokal® SR: natri sulphosucxinamat trên cơ sở mỡ béo (khoảng 35% trong H₂O) mua từ Bozetto

Tego® Viscoplus 3030: chất làm đặc liên kết trên cơ sở polyuretan mua từ Evonik Industries AG.

Phép đo độ nhớt:

Tất cả các phép đo độ nhớt được thực hiện bằng nhớt kế Brookfield, LVTD, được trang bị con quay LV-4, ở tốc độ quay không đổi là 12 vòng/phút. Đối với phép đo độ nhớt, mẫu được chuyển vào bình dung tích 100ml trong đó con quay được gắn chìm vào. Biểu hiện của phép đo độ nhớt không đổi cũng luôn được trông chờ.

Ví dụ 1: Tổng hợp polyglyxerol stearat

Hỗn hợp của polyglyxerol (OHN = 1124 mg KOH/g, 103,3 g, 0,431 mol) và axit stearic loại công nghiệp (axit palmitic:axit stearic = 50:50; 155,0 g, 0,574 mol) được đun nóng đến 240°C trong khi vẫn khuấy và nước vừa được tạo thành được cất liên tục cho đến khi chỉ số axit là 1,0 mg KOH/g đạt được. Polyglyxerol stearat thu được có các chỉ số sau đây:

Chỉ số axit: 1,0 mg KOH/g; số thủy phân: 129 mg KOH/g; chỉ số hydroxyl: 345 mg KOH/g.

Ví dụ 2: Tổng hợp polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa

Hỗn hợp của polyglyxerol stearat (97,62 g) thu được như được mô tả trong Ví dụ 1 và dung dịch axit polyphosphoric (115% H_3PO_4 , 2,38 g) được đun nóng đến 80°C trong khi vẫn khuấy trong 4 giờ. Sau đó, hỗn hợp có chỉ số axit là 27,6 mg KOH/g. Tiếp theo, dung dịch KOH 45% trong nước (9,77 g) được thêm vào ở 80°C và hỗn hợp được khuấy ở 80°C trong 30 phút nữa. Hỗn hợp có chỉ số axit là 1,3 mg KOH/g.

Ví dụ 3: Tổng hợp kali polyglyxerol stearat succinat

Polyglyxerol stearat (300 g) thu được như được mô tả trong Ví dụ 1 được đun nóng đến 80°C và anhydrit succinic (9,15 g) được thêm vào từng phần trong khi vẫn khuấy trong thời gian 1 giờ. Hỗn hợp được khuấy ở 80°C trong 2 giờ nữa cho đến khi thu được chỉ số axit là 19,8 mg KOH/g. Tiếp theo, 12,90 g dung dịch KOH 45% trong nước được thêm vào và hỗn hợp được khuấy trong 15 phút nữa. Kali polyglyxerol stearat succinat thu được có các đặc trưng sau: chỉ số axit: 8,8 mg KOH/g.

Ví dụ 4: Tạo ra và trộn các chất hoạt động bề mặt theo sáng chế

Chất hoạt động bề mặt theo sáng chế từ Ví dụ 1 và 2 được trộn với nhau theo thành phần được mô tả chi tiết trong Bảng 1 và tiếp theo được đồng hóa ở 80°C :

Bảng 1: Thành phần của hỗn hợp chất hoạt động bề mặt được sử dụng sau đây

	Chất hoạt động bề mặt 1	Chất hoạt động bề mặt 2	Chất hoạt động bề mặt 3
Polyglyxerol stearat (từ Ví dụ 1)	19,7 g	---	

Polyglyxerol stearat được

phosphoryl hóa	---	21,3 g
----------------	-----	--------

(từ Ví dụ 2)

Kali polyglyxerol stearat

sucxinat	---	---	21,3 g
----------	-----	-----	--------

(từ Ví dụ 3)

Xetearyl sulphat	1,6 g	---	---
------------------	-------	-----	-----

Nước	59,1 g	59,1 g	56.1 g
------	--------	--------	--------

Propylen glycol	6.25 g	6.25 g	6.25 g
-----------------	--------	--------	--------

Ví dụ 5:

150 g thể phân tán Impranil® DLU được đưa vào cốc có mỏ bằng nhựa dẻo dung tích 500ml và được khuấy với sự trợ giúp của thiết bị hòa tan Pendraulik được trang bị đĩa hòa tan ($\varnothing = 6$ cm) ở tốc độ 500 vòng/phút trong 3 phút. Trong suốt thời gian này, chất hoạt động bề mặt được thêm vào từ từ với sự trợ giúp của 1 xyranh. Thành phần dịch chiết của mẫu được nêu trong Bảng 2.

Để tạo xốp cho hỗn hợp, tốc độ khuấy được tăng tiếp đến 2000 vòng/phút, để đảm bảo đĩa hòa tan luôn được nhúng vào trong thể phân tán đến một mức độ thích hợp sao cho sự cuộn xoáy thích hợp được tạo ra. Ở tốc độ này, hỗn hợp được tạo xốp đến thể tích khoảng 425 ml. Thời gian khuấy cần thiết cho mục đích này được nêu trong Bảng 2. Sau đó, tốc độ khuấy được giảm đến 1000 vòng/phút, Tego® Viscopplus 3030 được thêm vào với sự trợ giúp của một xyranh và hỗn hợp được khuấy trong 15 phút nữa. Trong bước này, đĩa hòa tan được nhúng vào trong hỗn hợp đến mức độ sao cho không còn không khí đi vào hệ thống nữa, nhưng thể tích toàn thể vẫn không di chuyển.

Bảng 2: Tổng quan về xốp được tạo ra trong Ví dụ 4

	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4
Impranil® DLU	150 g	150 g	150 g	150 g
Stokal® STA	2,4 g			
Stokal® SR	1,8 g			
Chất hoạt động bề mặt 1		4 g		
Chất hoạt động bề mặt 2			4 g	
				4 g
Tego® Viscoplus 3030	0,7 g	0,2 g	0,2 g	0,2 g
Thời gian khuấy	3 phút	4 phút	3,5 phút	3 phút
Độ nhớt của xốp	14 Pa s	17,5 Pa s	16 Pa s	17 Pa s
Cỡ ô của xốp cuối cùng	khoảng 120 μm	khoảng 50 μm	khoảng 50 μm	khoảng 50 μm

Trong tất cả các trường hợp, xốp đồng nhất mịn thu được tại thời điểm cuối của bước tạo xốp này. Cần lưu ý rằng, xốp mà được tạo ra bằng chất hoạt động bề mặt 1 – 3 theo sáng chế có độ nhớt khá cao mặc dù nồng độ chất làm đặc thấp hơn (xem Bảng 2). Xốp được phủ bằng màng polyeste silicon hóa với sự trợ giúp của máy dán màng (AB3220 từ TQC) được trang bị dung dán (độ dày phủ = 800 μm) và tiếp theo được làm khô ở 60°C trong 10 phút và ở 120°C trong 5 phút nữa.

So sánh với mẫu 1, các mẫu 2 - 4 theo sáng chế đã được làm khô có đặc điểm là hình ảnh nhìn được bằng mắt thường đồng nhất và cảm giác mượt hơn. Cấu trúc tế bào của các mẫu đã được làm khô được đánh giá bằng phương pháp soi hiển vi quét electron. Ở đây có thể xác định cỡ ô trung bình là khoảng 120 μm trong trường hợp mẫu so sánh 1, trong khi đó mẫu theo sáng chế 2 và 3 có cỡ ô mịn hơn là khoảng 50 μm .

Ví dụ 6:

Các chế phẩm được nêu trong Bảng 2 được tạo xốp tương tự với phương pháp được mô tả trong Ví dụ 4 và được phủ lên màng polyeste silicon hóa bằng phương pháp khung dán (độ dày lớp bao = 800 μm). Tuy nhiên, tại thời điểm này, mẫu được làm khô ở 90°C chỉ trong 5 phút và ở 120°C trong 3 phút. Ở đây, có thể quan sát mẫu so sánh 1, sau khi làm khô, có những nhược điểm nhất định (đứt gãy khi làm khô), trong khi đó mẫu theo sáng chế 2 - 4 có thể được làm khô mà không có những nhược điểm này mặc dù trong các điều kiện ngắn hơn, làm khô kỹ hơn.

Ngoài ra, đối với tất cả các mẫu, lớp phủ có độ dày lớp phủ là 2000 μm được tạo ra. Các chất này được làm khô ở 60°C trong 10 phút, ở 90°C trong 10 phút và ở 120°C trong 10 phút. Ở đây cũng có thể làm khô mẫu 2 - 4 có chứa chất hoạt động bề mặt theo sáng chế mà không có những nhược điểm, trong khi đó mẫu so sánh 1 có đứt gãy rõ rệt khi làm khô.

Ví dụ 7:

150 g polyuretan thể phân tán và tùy ý 3 g polyisoxyanat Bayhydur® 3100 được đưa vào bình nhựa dẻo dung tích 500 ml và tiếp theo, như được mô tả trong Ví dụ 4, được tạo xốp, đồng hóa, phủ bằng màng polyeste silicon hóa (độ dày lớp phủ = 800 μm) và làm khô. Bảng 3 và 4 cung cấp tổng quan về thành phần tương ứng của mẫu. Tất cả các mẫu này sau khi làm khô có biểu hiện bên ngoài đồng nhất hơn mẫu 1 được tạo ra khi so sánh với Ví dụ 4. Phép phân tích hiển vi quét electron xốp đã được làm khô cho thấy rằng, cỡ ô trong tất cả các trường hợp đều nằm trong khoảng từ 40-60 μm . Các thử nghiệm này chứng minh việc sử dụng linh hoạt polyglyxerol este theo sáng chế trong một số polyuretan thể phân tán khác nhau.

Ngoài ra, đối với tất cả các mẫu, việc giảm độ dày của lớp phủ là 2000 μm được tạo ra sau khi tạo xốp. Các lớp phủ này được làm khô ở 60°C trong 10 phút, ở 90°C trong 10 phút và ở 120°C trong 10 phút. Trong tất cả các trường hợp, xốp có thể được làm khô mà không có nhược điểm nào, và thu được các mẫu đồng nhất có cảm

giác mượt hơn. Phép phân tích hiển vi quét electron cho thấy rằng, cỡ ô của tất cả các mẫu ở đây đều nằm trong khoảng từ 40-60 μm .

Bảng 3: Tổng quan về xốp được tạo ra trong Ví dụ 6

	Mẫu 4	Mẫu 5	Mẫu 6	Mẫu 7	Mẫu 8	Mẫu 9
Impranil® DL 1537	75 g			75 g		
Impranil® DLU	75 g			75 g		
Impranil® DL 1554		150 g			150 g	
Impranil® RSC 1380			150 g			150 g
Bayhydur® 3100				3 g	3 g	3 g
Chất hoạt động bề mặt 1	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g
Tego® Viscopplus 3030	0,2 g	0,1 g	0,2 g	0,2 g	0,1 g	0,2 g
Độ nhớt của xốp	15,7 Pa s	21,8 Pa s	16,3 Pa s	15,5 Pa s	21,5 Pa s	16,0 Pa s

Bảng 4: Tổng quan về xốp được tạo ra trong Ví dụ 6

	Mẫu 10	Mẫu 11	Mẫu 12	Mẫu 13	Mẫu 14	Mẫu 15
Impranil® DL 1537	75 g			75 g		
Impranil® DLU	75 g			75 g		
Impranil® DL 1554		150 g			150 g	
Impranil® RSC 1380			150 g			150 g
Bayhydur® 3100				3 g	3 g	3 g
Chất hoạt động bề mặt 2	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g
Tego® Viscopplus 3030	0,2 g	0,1 g	0,1 g	0,2 g	0,1 g	0,1 g
Độ nhớt của xốp	15,1 Pa s	21,1 Pa s	15,5 Pa s	14,7	20,2 Pa s	14,3 Pa s

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình tạo ra lớp phủ polyme xốp, tốt hơn là lớp phủ polyuretan xốp, bằng cách sử dụng polyglyxerol este làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước, bao gồm các bước:

- a) tạo ra hỗn hợp chứa thể phân tán chứa polyme trong nước, ít nhất một polyglyxerol este, và tùy ý các chất phụ trợ khác,
- b) tạo xốp hỗn hợp để thu được xốp có ô mịn, đồng nhất hơn,
- c) tùy ý thêm ít nhất một chất làm đặc để tạo ra độ nhớt mong muốn của xốp ẩm,
- d) tiến hành phủ thể phân tán chứa polyme đã được tạo xốp trên chất mang thích hợp,
- e) làm khô lớp phủ này.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó polyglyxerol este có thể thu được bằng cách este hóa polyglyxerol bằng ít nhất một axit carboxylic.

3. Quy trình theo điểm 2, khác biệt ở chỗ axit carboxylic có công thức chung $R-C(O)OH$ trong đó R là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có 7 đến 21 và tốt hơn nữa là có 9 đến 17 nguyên tử cacbon,

và axit carboxylic được ưu tiên được chọn từ axit butyric (axit butanoic), axit caproic (axit hexanoic), axit caprylic (axit octanoic), axit capric (axit decanoic), axit lauric (axit dodecanoic), axit myristic (axit tetradecanoic), axit palmitic (axit hexadecanoic), axit stearic (axit octadecanoic), axit arachidic (axit eicosanoic), axit behenic (axit docosanoic), axit lignoxeric (axit tetracosanoic), axit palmitoleic (axit (Z)-9-hexadecenoic), axit oleic (axit (Z)-9-hexadecenoic), axit elaidic (axit (E)-9-

octadecenoic), axit cis-vaccenic (axit (Z)-11-octadecenic), axit linoleic (axit (9Z,12Z)-9,12-octadecadienoic), axit alpha-linolenic (axit (9Z,12Z,15Z)-9,12,15-octadecatrienoic), axit gamma-linolenic (axit (6Z,9Z,12Z)-6,9,12-octadecatrienoic), axit di-homo-gamma-linolenic (axit (8Z,11Z,14Z)-8,11,14-eicosatrienoic), axit arachidonic (axit (5Z,8Z,11Z,14Z)-5,8,11,14-eicosatetraenoic), axit erucic (axit (Z)-13-docozanoic), axit nervonic (axit (Z)-15-tetracozanoic), axit rixinoleic, axit hydroxystearic và axit undexenylic, và cả hỗn hợp của chúng, ví dụ axit dầu hạt cải, axit béo đậu nành, axit béo hướng dương, axit béo lạc và/hoặc axit béo dầu nhựa thông,

được ưu tiên đặc biệt hơn là axit palmitic và axit stearic và hỗn hợp của hai chất này,

và/hoặc ở chỗ axit di- và/hoặc tricarboxylic đa chức được sử dụng, tốt hơn là di- và/hoặc triaxit carboxylic béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh có chiều dài mạch là 2 đến 18 nguyên tử cacbon và/hoặc axit béo dime mà thu được bằng cách dime hóa xúc tác axit béo chưa bão hòa có 12 đến 22 nguyên tử cacbon,

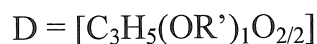
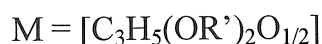
và/hoặc ở chỗ hỗn hợp của axit carboxylic có công thức chung $R-C(O)OH$, như được xác định ở trên, và axit di- và/hoặc tricarboxylic đa chức được sử dụng.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ polyglyxerol este được sử dụng bao gồm các chất mà được chọn từ nhóm bao gồm sorbitan este và/hoặc polyglyxerol este, tốt hơn là polyglyxerol este, tốt hơn là các chất polyglyxerol este này có công thức chung 1:



Công thức 1

trong đó:



$$T = [C_3H_5O_{3/2}]$$

$a = 1$ đến 10, tốt hơn là 2 đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$b = 0$ đến 10, tốt hơn là lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4,

$c = 0$ đến 3, tốt hơn là 0,

trong đó gốc R' độc lập là các gốc giống nhau hoặc khác nhau có dạng $R''-C(O)-$ hoặc H ,

trong đó R'' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có 7 đến 21 và tốt hơn nữa là có 9 đến 17 nguyên tử cacbon,

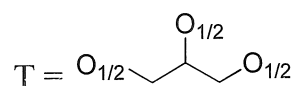
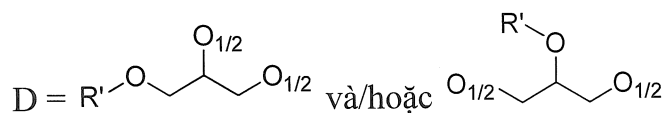
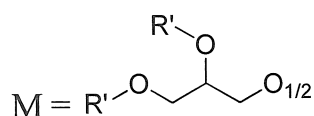
trong đó ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$,

và/hoặc có công thức chung 2:



Công thức 2

trong đó:



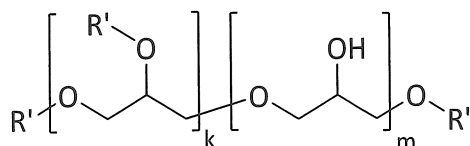
$x = 2$ đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$y =$ lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4,

$z =$ lớn hơn 0 đến 2, đặc biệt là tốt hơn là 0,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' không phải là hydro, kể cả R' như được xác định ở trên,

và/hoặc có công thức chung 3:



Công thức 3

trong đó:

$k = 2$ đến 3, đặc biệt là tốt hơn là 2,

$m =$ lớn hơn 0 đến 5, đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 3,

với điều kiện là ít nhất một trong số các gốc R' là gốc ở dạng $R''-C(O)$, kể cả R' như được xác định ở trên, và sao cho tổng của $k + m$ là lớn hơn 0 và các phần có chỉ số k và m được phân bố theo ý nghĩa thống kê.

5. Quy trình theo điểm 4, khác biệt ở chỗ, polyglyxerol este có công thức 1, 2 và/hoặc 3 được phosphoryl hóa, đặc biệt là mang ít nhất một gốc $(R'''O)_2P(O)-$ làm gốc R' , trong đó gốc R''' độc lập là cation, tốt hơn là Na^+ , K^+ hoặc NH_4^+ , hoặc ion amoni của mono-, di- và trialkylamin, chất này còn có thể là các gốc alkyl được chức hóa như, ví dụ, trong trường hợp amit amin, mono-, di- và trialkanolamin, mono-, di- và triaminoalkylamin, hoặc H hoặc $R''''-O-$,

trong đó R'''' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có 7 đến 22 và tốt hơn nữa là có 9 đến 18 nguyên tử cacbon hoặc gốc polyol.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, polyglyxerol este được sử dụng trong hỗn hợp với ít nhất một ion, tốt hơn là anion, chất đồng hoạt động bề mặt làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước,

chất đồng hoạt động bề mặt ion được ưu tiên là muối amoni và kim loại kiềm của axit béo, alkyl sulphat, alkyl ete sulphat, alkylsulphonat, alkylbenzensulphonat, alkyl phosphat, alkyl sulphosuccinat, alkyl sulphosuccinamat và alkyl sarcosinat,

được ưu tiên đặc biệt là alkyl sulphat có 12-20 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa là có 14-18 nguyên tử cacbon, thậm chí tốt hơn nữa là có nhiều hơn 16-18 nguyên tử cacbon,

với điều kiện là tỷ lệ của chất đồng hoạt động bề mặt ion trên cơ sở tổng lượng polyglyxerol este cùng với chất đồng hoạt động bề mặt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1-50% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2-40% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5-30% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1-25% khối lượng.

7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, thể phân tán chứa polyme trong nước được chọn từ nhóm bao gồm thể phân tán polystyren trong nước, thể phân tán polybutadien, thể phân tán poly(met)acrylat, thể phân tán polyvinyl este và thể phân tán polyuretan, đặc biệt là thể phân tán polyuretan, trong đó hàm lượng rắn của các thể phân tán này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20-70% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25-65% khối lượng.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, việc sử dụng nồng độ của polyglyxerol este trong thể phân tán chứa polyme trong nước là nằm trong khoảng 0,2-15% khối lượng, tốt hơn nữa là trong khoảng 0,4-10% khối lượng, đặc biệt là trong khoảng 0,5-7,5% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của thể phân tán.

9. Lớp phủ polyme xốp, tốt hơn là lớp phủ polyuretan xốp, có thể thu được bằng cách sử dụng polyglyxerol este, làm chất phụ trợ trong thể phân tán chứa polyme trong nước trong việc tạo ra lớp phủ polyme này, tốt hơn là có thể thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7.

với điều kiện là lớp phủ polyme xốp tốt hơn là có cỡ ô trung bình nhỏ hơn 150 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 120 μm , đặc biệt là tốt hơn là nhỏ hơn 100 μm , tốt nhất là nhỏ hơn 75 μm .

10. Polyglyxerol este được phosphoryl hóa thu được bằng cách:

(a) este hóa polyglyxerol bằng ít nhất một axit carboxylic và

(b) cho phản ứng tiếp với tác nhân phosphoryl hóa và

(c) tùy ý, tốt hơn là bắt buộc, trung hòa tiếp,

trong đó tác nhân phosphoryl hóa đặc biệt là chứa phospho oxyclorea, phospho pentoxit (P_4O_{10}) và/hoặc axit polyphosphoric,

với điều kiện là polyglyxerol được sử dụng để điều chế polyglyxerol este tốt hơn là có chỉ số OH là 1829 đến 824, tốt hơn nữa là trong khoảng 1352-888 và đặc biệt là tốt hơn là trong khoảng 1244-920 mg KOH/g.

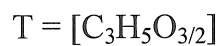
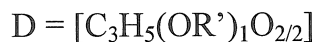
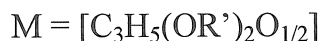
11. Polyglyxerol este được phosphoryl hóa theo điểm 10, khác biệt ở chỗ, nó là polyglyxerol este được phosphoryl hóa và/hoặc sorbitan este được phosphoryl hóa, tốt hơn là polyglyxerol este được phosphoryl hóa và được trung hòa, đặc biệt là polyglyxerol palmitat được phosphoryl hóa và được trung hòa, polyglyxerol stearat được phosphoryl hóa và được trung hòa hoặc hỗn hợp của các chất này.

12. Polyglyxerol este được phosphoryl hóa theo điểm 1, khác biệt ở chỗ chất này có công thức chung 1a:



Công thức 1a

trong đó:



$a = 2$ đến 3 , đặc biệt là tốt hơn là 2 ,

$b =$ lớn hơn 0 đến 5 , đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4 ,

$c = 0$,

trong đó gốc R' độc lập là các gốc giống nhau hoặc khác nhau có dạng $(R'''O)_2P(O)-$, $R''-C(O)-$ hoặc H ,

trong đó R'' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có 7 đến 21 và tốt hơn nữa là có 9 đến 17 nguyên tử cacbon,

trong đó ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$ và trong đó ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''O)_2P(O)-$,

trong đó gốc R''' độc lập là các cation, tốt hơn là Na^+ , K^+ hoặc NH_4^+ , hoặc ion amoni của mono-, di- và trialkylamin, chất này còn có thể là các gốc alkyl được chức hóa như, ví dụ, trong trường hợp amit amin, mono-, di- và trialkanolamin, mono-, di- và triaminoalkylamin, hoặc H hoặc $R''''-O-$,

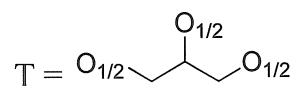
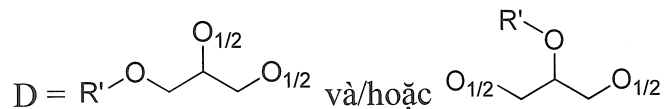
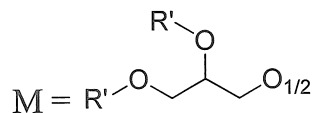
trong đó R'''' là gốc hydrocarbyl béo hóa trị một bão hòa hoặc chưa bão hòa có 3 đến 39 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 7 đến 22 và tốt hơn nữa là 9 đến 18 nguyên tử cacbon hoặc gốc polyol,

và/hoặc có công thức chung 2a:



Công thức 2a

trong đó:



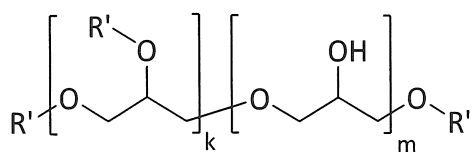
$x = 2$ đến 3 , đặc biệt là tốt hơn là 2 ,

$y =$ lớn hơn 0 đến 5 , đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 4 ,

$z =$ lớn hơn 0 đến 2 , đặc biệt là tốt hơn là 0 ,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R'' - C(O) -$ và ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''O)_2P(O) -$, còn R' như được xác định ở trên,

và/hoặc có công thức chung 3a:



Công thức 3a

trong đó:

$k = 2$ đến 3 , đặc biệt là tốt hơn là 2 ,

$m =$ lớn hơn 0 đến 5 , đặc biệt là tốt hơn là 1 đến 3 ,

với điều kiện là ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $R''-C(O)-$ và ít nhất một gốc R' là gốc có dạng $(R'''O)_2P(O)-$, còn R' như được xác định ở trên, và sao cho tổng của $k + m$ là lớn hơn 0 và các phần có chỉ số k và m được phân bố theo ý nghĩa thông kê.