



(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)



1-0042024

(51)^{2020.01} C08G 18/48; C08G 18/16; C08G 18/18; (13) B
C08G 18/20; C08G 18/76; C08G 18/38;
C08G 18/63; C08G 101/00; C08G 18/24

(21) 1-2021-02185

(22) 23/10/2019

(86) PCT/EP2019/078914 23/10/2019

(87) WO 2020/084003 30/04/2020

(30) 18202395.2 24/10/2018 EP

(45) 25/12/2024 441

(43) 25/10/2021 403

(73) BASF SE (DE)

Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein, Germany

(72) SCHUETTE, Markus (DE); LUTTER, Heinz-Dieter (DE); FAEHMEL, Manuela (DE); MARTIN, Marc Claude (LU); DEGLMANN, Peter (DE); DUWENHORST, Joern (DE).

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

(54) MÚT XỐP POLYURETAN CÓ HÀM LƯỢNG AMIN THƠM GIẢM THIỂU

(57) Sáng chế đề cập tới quy trình sản xuất mút xốp polyuretan có tỷ trọng từ 30 g/dm³ đến 70 g/dm³, trong đó (a) polyisoxyanat thơm được trộn với (b) hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat, (c) tùy ý chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (d) chất xúc tác, (e) chất tạo khí, bao gồm nước, (f) từ 0,1% đến 5% trọng lượng là lactam, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần từ (a) đến (f), và (g) tùy ý chất phụ gia, với chỉ số isoxyanat từ 50 đến 95 để tạo thành hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp phản ứng này được chuyển hóa thành mút xốp polyuretan, trong đó chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại và chất xúc tác amin và chất xúc tác amin có nguyên tử nitơ bậc ba và được sử dụng với lượng sao cho hàm lượng nguyên tử nitơ bậc ba trong chất xúc tác amin, dựa trên trọng lượng của các thành phần ban đầu từ (a) đến (e), là từ 0,0001 đến 0,003 mol/100 g mút xốp. Sáng chế còn đề cập tới mút xốp polyuretan thu được bằng quy trình này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mút xốp polyuretan có tỷ trọng từ 30 g/dm³ đến 70 g/dm³, trong đó (a) polyisoxyanat thơm được trộn với (b) hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat, (c) tùy ý chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (d) chất xúc tác, (e) chất tạo khí, bao gồm nước, (f) từ 0,1% đến 5% trọng lượng là lactam, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần từ (a) đến (f), và (g) tùy ý chất phụ gia, với chỉ số isoxyanat từ 50 đến 95 để tạo thành hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp phản ứng này được chuyển hoá thành mút xốp polyuretan, trong đó chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại và chất xúc tác amin và chất xúc tác amin này có nguyên tử nitơ bậc ba và được sử dụng với lượng sao cho hàm lượng nguyên tử nitơ bậc ba trong chất xúc tác amin, dựa trên trọng lượng của các thành phần ban đầu từ (a) đến (e), là từ 0,0001 đến 0,003 mol/100 g mút xốp. Sáng chế còn đề cập tới mút xốp polyuretan thu được bằng quy trình này và tới việc sử dụng mút xốp polyuretan linh hoạt này để sản xuất gối tựa, đệm ghế và đệm giường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong điều kiện nhất định, với hàm lượng nước lớn hơn 1% theo trọng lượng và chỉ số isoxyanat nhỏ hơn 100, amin thơm, cụ thể là toluendiamin (TDA) và metylendiphenylendiamin (MDA), có thể được phát hiện trong khoảng nồng độ từ 10 đến 200 ppm trong mút xốp polyuretan. Các chất này ở cụ thể là trên bề mặt của mút xốp đúc khuôn. Do nguy cơ gây ung thư và độc tính gen của chúng, amin thơm đã là đối tượng của nhiều nghiên cứu nội bộ và bên ngoài trong nhiều thập kỷ. Biện pháp đã biết để giảm thiểu (nhưng không loại trừ!) hàm lượng amin thơm liên quan đến việc sử dụng các hợp chất làm sạch có tính phản ứng như là anhydrit của axit carboxylic hoặc isoxyanat béo.

Đã biết là việc sử dụng chất làm sạch amin khác nhau có thể làm giảm hàm lượng của amin thơm. Ví dụ, EP1461193 mô tả chất giải phóng và quy trình sản xuất ép đúc chất dẻo liên quan đến sử dụng, để sản xuất ép đúc chất dẻo, chất giải phóng mà làm giảm nồng độ của các chất nguy hại đến-sức khoẻ không mong muốn ở mép và ở bề mặt của khuôn, và cả quy trình sản xuất ép đúc chất dẻo với hàm lượng thấp chất có hại bằng cách sử dụng chất giải phóng này. Trong số các thành phần khác, sử

dùng một hoặc nhiều chất phụ gia từ nhóm dẫn xuất của axit hữu cơ, dẫn xuất của axit cacbonic, di- hoặc polyisoxyanat, isoxyanat béo, isoxyanat vòng béo, isoxyanat béo thơm, isoxyanat thơm và isoxyanat dị vòng và dẫn xuất của axit khoáng.

DE-A 199 19 826, DE-A 199 19 827, DE-A 199 28 675, DE-A 199 28 676, DE-A 199 28 687, DE-A 199 28 688 và DE-A 199 28 689 đề cập đến số lượng các chất bổ sung chi phí thấp và chất phụ trợ từ nhiều nhóm hợp chất hoá học khác nhau, sử dụng các chất này nhằm làm giảm sự tạo thành trung gian của diamin thơm bậc một như TDA hoặc MDA (metylendiphenylendiamin) trong quá trình sản xuất mút xốp polyuretan linh hoạt. Trong ví dụ này, các thành phần có tính phản ứng này thường được thêm vào với lượng khoảng 5% theo trọng lượng, dựa vào chất có tính phản ứng-isoxyanat. DE19928687 cũng đề cập đến, việc sử dụng lactam. Nhược điểm chung của việc bổ sung các chất phụ trợ này cho chế phẩm chất dẻo, mà có vai trò như là "chất làm sạch" đối với các chất không mong muốn, là xuất hiện các thay đổi đáng kể về tính chất cơ học của thành phẩm, mà có thể làm cho cần phải phát triển lại hoặc phát triển hơn nữa thành phần của chế phẩm hoặc của nguyên liệu polyme. Điều này còn đúng hơn nữa do lượng đáng kể chất phụ trợ thường cần phải được thêm vào để làm giảm một cách hiệu quả chất không mong muốn, dẫn đến gây ảnh hưởng đến tính chất cơ học của mút xốp.

Bất lợi là lượng rất lớn chất làm sạch amin phải được sử dụng để làm giảm hàm lượng của MDA. Cụ thể là, trong trường hợp hàm lượng nước lớn hơn 1% theo trọng lượng và chỉ số isoxyanat thấp nhỏ hơn 100, làm giảm amin thơm bằng cách sử dụng quy trình đã nêu chỉ cho mức thành công không đạt yêu cầu. Tỷ lệ cao chất làm sạch amin còn dẫn đến chất làm sạch bị đẩy ra và do đó dẫn đến phát thải gia tăng các chất hữu cơ bay hơi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế do đó là đề xuất quy trình sản xuất mút xốp polyuretan, quy trình này với hàm lượng cao của nước chất tạo khí thân thiện môi trường và chỉ số isoxyanat thấp nhỏ hơn 95, dẫn đến mút xốp có hàm lượng giảm rõ rệt của amin thơm, đặc biệt là ở bề mặt của mút xốp được đúc ép. Một giải thích có thể cho việc có MDA ở chỉ số isoxyanat nhỏ hơn 100 là thực tế do không có đủ nhóm isoxyanat sẵn có trong quá trình tạo thành mút xốp polyuretan để phản ứng tiếp với MDA — mà

được tạo thành qua phản ứng isoxyanat-nước — tạo ra liên kết ure. MDA được tạo thành này có thể tích lũy cụ thể là trong quá trình sản xuất mút xốp được đúc ép bằng cách ngưng tụ ở bề mặt tiếp xúc với bề mặt khuôn lạnh hơn.

Mục đích của sáng chế bất ngờ đạt được bằng quy trình sản xuất mút xốp polyuretan có tỷ trọng từ 30 g/dm³ đến 70 g/dm³, trong đó (a) polyisoxyanat thơm được trộn với (b) hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat, (c) tùy ý chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (d) chất xúc tác, (e) chất tạo khí, bao gồm nước, (f) từ 0,1% đến 5% trọng lượng là lactam, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần từ (a) đến (f), và (g) tùy ý chất phụ gia, với chỉ số isoxyanat từ 50 đến 95 để tạo thành hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp phản ứng này được chuyển hoá thành mút xốp polyuretan, trong đó chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại và chất xúc tác amin và chất xúc tác amin có nguyên tử nitơ bậc ba và được sử dụng với lượng sao cho hàm lượng nguyên tử nitơ bậc ba trong chất xúc tác amin, dựa trên trọng lượng của các thành phần ban đầu từ (a) đến (e), là từ 0,0003 đến 0,001 mol/100 g mút xốp. Sáng chế còn đề cập tới mút xốp polyuretan thu được bằng quy trình này và tới việc sử dụng mút xốp polyuretan linh hoạt này để sản xuất đệm, đệm ghế và đệm giường.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mút xốp polyuretan theo sáng chế ưu tiên được hiểu là mút xốp polyuretan linh hoạt. Mút xốp này có tỷ trọng từ 30 đến 70 g/l, ưu tiên là từ 40 đến 60 g/l và cụ thể là từ 45 đến 55 g/l. Mút xốp polyuretan theo sáng chế ưu tiên là còn có độ cứng theo vết lõm theo DIN EN ISO 2439, phương pháp A, là nhỏ hơn 800 N, ưu tiên cụ thể là nhỏ hơn 500 N, ưu tiên hơn là nhỏ hơn 200 N và cụ thể là nhỏ hơn 100 N. Biến dạng dư khi nén, được đo ở 70°C, ép nén 50% trong 22 giờ theo DIN EN ISO 1856, ưu tiên là nhỏ hơn 20%, ưu tiên cụ thể là nhỏ hơn 15%, ưu tiên hơn là nhỏ hơn 10% và cụ thể là nhỏ hơn 5%.

Polyisoxyanat thơm (a) mà có thể được sử dụng bao gồm tất cả isoxyanat thơm thông thường được sử dụng trong hoá học polyuretan. Các chất này ưu tiên là bao gồm chất đồng phân toluen diisoxyanat (TDI chất đồng phân) và chất đồng phân của metylendiphenylen diisoxyanat và chất đồng đẳng đa vòng bậc cao hơn của nó (được gọi là MDI). Polyisoxyanat thơm được sử dụng ưu tiên cụ thể là hỗn hợp bao gồm 2,4'-MDI, 4,4'-MDI và chất đồng đẳng đa vòng bậc cao hơn của MDI. Hơn nữa, cũng

có thể sử dụng isoxyanat được cải biến, như là isoxyanat mà được tạo thành bằng cách kết hợp các nhóm được tạo dẫn xuất từ nhóm isoxyanat trong polyisoxyanat. Ví dụ về các nhóm này là nhóm allophanat, nhóm carbodiimit, nhóm uretonimin, nhóm isoxyanurat, nhóm ure và nhóm biuret. Theo phương án được ưu tiên, tỷ lệ của diphenylmetan 2,4'-diisoxyanat ưu tiên là từ 5% đến 30% theo trọng lượng và tỷ lệ của diphenylmetan 4,4'-diisoxyanat ưu tiên là từ 40% đến 80% theo trọng lượng, trong mỗi trường hợp dựa vào tổng trọng lượng của polyisoxyanat thơm (a). Theo phương án được ưu tiên, tỷ lệ của chất đồng đẳng đa vòng bậc cao hơn của diphenylmetan diisoxyanat là từ 3% đến 30% theo trọng lượng, ưu tiên cụ thể là từ 5% đến 25% theo trọng lượng.

Polyisoxyanat thơm có thể được sử dụng ở dạng tiền polyme. Cho mục đích này, polyisoxyanat thơm (a1) nêu trên được cho phản ứng với lượng dư với hợp chất bao gồm hợp chất có tính phản ứng-isoxyanat (a2). Hợp chất (a2) được sử dụng ở đây ưu tiên là hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat mà được đề cập ở mục (b). Nếu tiền polyme isoxyanat được sử dụng làm isoxyanat thơm (a), chất này ưu tiên là có hàm lượng NCO từ 16% đến 31% theo trọng lượng.

Hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat (b) có phân tử lượng trung bình ít nhất là 450 g/mol, ưu tiên cụ thể là từ 460 đến 12 000 g/mol và có ít nhất hai nguyên tử hydro có tính phản ứng-isoxyanat/phân tử. Hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat (b) được ưu tiên mà có thể được xem xét là rượu polyeste, và/hoặc rượu polyete có độ hoạt động từ 2 đến 8, cụ thể là từ 2 đến 6, ưu tiên là từ 2 đến 4, và phân tử lượng tương đương trung bình trong khoảng từ 400 đến 3000 g/mol, ưu tiên là từ 1000 đến 2500 g/mol. Rượu polyete là cụ thể được sử dụng.

Rượu polyete có thể được điều chế bằng phương pháp đã biết, thường bằng cách cộng hợp có xúc tác alkylen oxit, đặc biệt là etylen oxit và/hoặc propylen oxit, vào chất ban đầu có nhóm chức-H, hoặc bằng cách ngưng tụ tetrahydrofuran. Khi alkylen oxit được cộng vào, thuật ngữ polyalkylen oxit polyol cũng được sử dụng. Chất ban đầu có nhóm chức-H mà có thể được sử dụng cụ thể là rượu đa chức và/hoặc amin. Ưu tiên là sử dụng nước, rượu dihydric, ví dụ etylen glycol, propylen glycol, hoặc butandiol, rượu trihydric, ví dụ glyxerol hoặc trimetylolpropan, và rượu polyhydric bậc cao hơn, như là pentaerythritol, rượu đường, ví dụ sucroza, glucoza

hoặc sorbitol. Amin được sử dụng ưu tiên là amin béo có tối đa 10 nguyên tử cacbon, ví dụ etylendiamin, dietylentriamin, propylendiamin, và rượu amino như là etanolamin hoặc dietanolamin. Alkylen oxit được sử dụng ưu tiên là etylen oxit và/hoặc propylen oxit, trong đó trong trường hợp rượu polyete, mà được sử dụng để sản xuất mút xốp polyuretan linh hoạt, một đơn vị etylen oxit thường được cộng hợp vào đầu mạch. Chất xúc tác được sử dụng khi cộng hợp vào alkylen oxit cụ thể là hợp chất bazơ, với kali hydroxit có ý nghĩa về mặt công nghiệp lớn nhất ở đây. Nếu dự định là để có hàm lượng thấp các thành phần chưa no trong rượu polyete, chất xúc tác được sử dụng có thể là hợp chất di- hoặc multi-kim loại xyanua, được gọi là chất xúc tác DMC. Polyalkylen oxit polyol hai- và/hoặc ba-nhóm chức được sử dụng cụ thể để sản xuất mút xốp polyuretan linh hoạt nhớt đàn hồi.

Ngoài ra, hợp chất có ít nhất hai nguyên tử hydro hoạt tính được sử dụng có thể là polyeste polyol, có thể điều chế ví dụ từ axit dicarboxylic hữu cơ có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, ưu tiên là axit dicarboxylic béo có từ 8 đến 12 nguyên tử cacbon và rượu polyhydric, ưu tiên là diol, có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Ví dụ về axit dicarboxylic hữu ích bao gồm: axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit decandicarboxylic, axit maleic, axit fumaric, axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, và axit naphthalendicarboxylic đồng phân. Ưu tiên là sử dụng axit adipic. Axit dicarboxylic có thể được sử dụng ở đây riêng rẽ hoặc trong hỗn hợp với một axit khác. Thay vì axit dicarboxylic tự do, cũng có thể sử dụng dẫn xuất axit dicarboxylic, ví dụ este của dicarboxylic với rượu có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc anhydrit của axit dicarboxylic.

Ví dụ về rượu di- và polyhydric, đặc biệt là diol, là: etandiol, dietylen glycol, propan-1,2- và -1,3-diol, dipropylen glycol, butan-1,4-diol, pentan-1,5-diol, hexan-1,6-diol, decan-1,10-diol, glyxerol và trimetylolpropan. Ưu tiên là sử dụng etandiol, dietylen glycol, butan-1,4-diol, pentan-1,5-diol, hexan-1,6-diol hoặc hỗn hợp của ít nhất hai trong số diol đã nêu, cụ thể là hỗn hợp của butan-1,4-diol, pentan-1,5-diol và hexan-1,6-diol. Cũng có thể sử dụng polyeste polyol được tạo thành từ lacton, ví dụ ϵ -caprolacton, hoặc axit hydroxycarboxylic, ví dụ axit ω -hydroxycaproic và axit hydroxybenzoic. Ưu tiên là sử dụng dipropylen glycol.

Chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang (c) được sử dụng là chất có phân tử lượng nhỏ hơn 400 g/mol, ưu tiên là từ 60 đến 350 g/mol, với chất kéo dài mạch có 2 nguyên tử hydro có tính phản ứng-isoxyanat và chất liên kết ngang có ít nhất 3 nguyên tử hydro có tính phản ứng-isoxyanat. Các chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp. Ưu tiên là sử dụng diol và/hoặc triol có phân tử lượng nhỏ hơn 400, ưu tiên cụ thể là từ 60 đến 300 và cụ thể là từ 60 đến 150. Ví dụ hữu ích về phân tử ban đầu bao gồm diol béo, diol vòng béo và/hoặc diol thơm, và diol bao gồm cấu trúc thơm, có từ 2 đến 14, ưu tiên là từ 2 đến 10, nguyên tử cacbon, ví dụ etylen glycol, propan-1,3-diol, decan-1,10-diol, o-, m-, p-dihydroxycyclohexan, dietylen glycol, dipropylen glycol và ưu tiên là butan-1,4-diol, hexan-1,6-diol và bis(2-hydroxyetyl)hydroquinon, triol như là 1,2,4--trihydroxycyclohexan, 1,3,5-trihydroxycyclohexan, glyxerol và trimetylolpropan và polyalkylen oxit có chứa nhóm-hydroxyl phân tử lượng thấp dựa trên etylen oxit và/hoặc 1,2-propylen oxit và diol và/hoặc triol nêu trên. Chất kéo dài mạch (c) được sử dụng ưu tiên cụ thể là monoetylen glycol, butan-1,4-diol và/hoặc glyxerol.

Nếu chất kéo dài mạch, chất liên kết ngang hoặc hỗn hợp của chúng được sử dụng, các chất này có lợi là được sử dụng với lượng từ 0,1% đến 20% theo trọng lượng, ưu tiên là từ 0,5% đến 10% theo trọng lượng và cụ thể là từ 0,8% đến 5% theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng của thành phần (b) và thành phần (c).

Chất xúc tác (d) được sử dụng để sản xuất mút xốp polyuretan theo sáng chế là chất xúc tác kim loại và chất xúc tác amin mà có nguyên tử nitơ bậc ba. Trong ngữ cảnh của sáng chế, hợp chất có nguyên tử nitơ bậc ba được ưu tiên làm chất xúc tác amin là các hợp chất có độ phản ứng tương đối, dựa trên trietylendiamin, ít nhất là 5%. Độ phản ứng tương đối được xác định ở đây bằng cách xác định hằng số tốc độ của hợp chất sẽ thử nghiệm trong hệ mô hình butanol-phenyl isoxyanat với nồng độ 0,50 mol/l trong mỗi trường hợp ở 50°C trong dung môi axetonitril và so sánh nó với hằng số của 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan (trietylendiamin). Độ phản ứng tương đối ít nhất 5% thu được nếu hằng số tốc độ đối với chất xúc tác sẽ thử nghiệm trong điều kiện tương đồng khác là nhỏ hơn hằng số tốc độ khi sử dụng 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan theo hệ số tối đa là 20. Chi tiết về xác định hằng số tốc độ được mô tả trong: tài liệu J. Chem. Soc Perkin Trans. 2, 1994, của Schwetlick et al., từ trang 599 đến 608 (hằng số tốc độ k_b đối với 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan trong

điều kiện đã đề cập = $2,68 \text{ dm}^6 \text{ mol}^{-2} \text{ giây}^{-1}$). Chất xúc tác amin ưu tiên bao gồm chất xúc tác có tính phản ứng, nghĩa là các chất xúc tác bao gồm nhóm có tính phản ứng-isoxyanat. Các chất này có ít nhất là một, ưu tiên là từ 1 đến 8 và ưu tiên cụ thể là từ 1 đến 2, nhóm có tính phản ứng-isoxyanat như là nhóm amin bậc một, nhóm amin bậc hai, nhóm hydroxyl, nhóm amit hoặc nhóm ure, ưu tiên là nhóm amin bậc một, nhóm amin bậc hai hoặc nhóm hydroxyl và ưu tiên cụ thể là nhóm amin bậc một hoặc nhóm hydroxyl. Chất xúc tác amin có thể kết hợp hay được sử dụng nhất để điều chế polyuretan phát thải thấp mà được đặc biệt sử dụng trong nội thất ô tô. Chất xúc tác này là đã biết và được mô tả ví dụ trong EP1888664. Chúng bao gồm các hợp chất mà, ngoài nhóm có tính phản ứng-isoxyanat, ưu tiên là có một hoặc nhiều, ưu tiên là hai nhóm amino bậc ba.

Ưu tiên khi nhóm amino bậc ba của chất xúc tác có thể kết hợp mang ít nhất hai gốc hydrocacbon béo, ưu tiên là có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon/gốc, ưu tiên cụ thể là có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon/gốc. Ưu tiên cụ thể là khi nhóm amino bậc ba mang hai gốc độc lập được chọn từ gốc metyl ($\text{H}_3\text{C}-$) và gốc etyl ($\text{H}_3\text{C}-\text{H}_2\text{C}-$) và gốc hữu cơ khác nữa. Ví dụ về chất xúc tác có thể kết hợp mà được sử dụng theo phương án được ưu tiên của sáng chế được chọn từ nhóm gồm bisdimetylaminopropylure, bis(N,N-dimetylaminooxyetyl)carbamate, dimetylaminopropylure, N,N,N-trimetyl-N-hydroxyetylbis(aminopropyl ete), N,N,N-trimetyl-N-hydroxyetylbis(aminoetyl ete), dietyletanolamin, bis(N,N-dimetyl-3-aminopropyl)amin, dimetylaminopropylamin, 3-dimetylaminopropyl-N,N-dimetylpropan-1,3-diamin, dimetyl-2-(2-aminoetoxyetanol) và (1,3-bis(dimetylaminopropan-2-ol), N,N-bis(3-dimetylaminopropyl)-N-isopropanolamin, bis(dimetylaminopropyl)-2-hydroxyetylamin, N,N,N-trimetyl-N-(3 aminopropyl)bis(aminoetyl ete), 3-dimetylaminoisopropylidiisopropanolamin, N-[2-[2-(dimetylaminooxyetyl)]-N-metyl-1,3-propandiamin và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên cụ thể là sử dụng N-[2-[2-(dimetylaminooxyetyl)]-N-metyl-1,3-propandiamin.

Ngoài chất xúc tác amin có thể kết hợp, có thể sử dụng chất xúc tác amin thông thường khác để điều chế polyuretan. Các chất này ưu tiên được chọn từ nhóm gồm 2,3-dimetyl-3,4,5,6-tetrahydropyrimidin, trietylamin, tributylamin, dimetylbenzylamin, N-metyl-N-xyclohexylmorpholin, N-etyl-N-

xyclohexylmorpholin, N,N,N',N'-tetrametyletylendiamin, N,N,N',N'-tetrametylbutandiamin, N,N,N',N'-tetrametylhexandiamin, pentametyldietylentriamin, tetrametyl diaminoetyl ete, bis(dimetylaminoethyl)ure, dimetylpiperazin, 1,2-dimetylimidazol, 1-azabicyclo[3.3.0]octan và ưu tiên là 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan, và hỗn hợp của chúng.

Chất xúc tác amin được sử dụng ở đây với lượng sao cho hàm lượng của nguyên tử nitơ bậc ba là từ 0,0001 đến 0,003 mol/100 g mút xốp, ưu tiên là từ 0,0004 đến 0,002 và cụ thể là từ 0,0005 đến 0,001 mol/100 g mút xốp. Chất xúc tác amin ưu tiên bao gồm chất xúc tác amin có thể kết hợp độc quyền.

Chất xúc tác kim loại được sử dụng có thể là chất xúc tác kim loại thông thường bất kỳ. Chất này bao gồm hợp chất kim loại hữu cơ, ưu tiên là hợp chất thiếc hữu cơ, như muối thiếc(II) của axit carboxylic hữu cơ, ví dụ thiếc(II) axetat, thiếc(II) octoat, thiếc(II) etylhexanoat và thiếc(II) laurat, và muối dialkyl thiếc(IV) của axit carboxylic hữu cơ, ví dụ dibutyl thiếc diaxetat, dibutyl thiếc dilaurat, dibutyl thiếc maleat và dioctyl thiếc diaxetat, dibutyl thiếc dineodecanoat, và cả bismuth carboxylat, như bismuth(III) neodecanoat, bismuth 2-ethylhexanoat và bismuth octanoat, hoặc hỗn hợp của chúng. Chất xúc tác kim loại được chọn ưu tiên là chất xúc tác kim loại mà ổn định không bị thủy phân, như hợp chất thiếc(IV). Dibutyl thiếc dineodecanoat cụ thể được sử dụng làm chất xúc tác kim loại.

Chất xúc tác và lượng chất xúc tác sẽ sử dụng được lựa chọn ở đây sao cho hỗn hợp phản ứng polyuretan ưu tiên có thời gian tăng trưởng từ 30 đến 150 giây, ưu tiên cụ thể là từ 40 đến 110 giây và cụ thể là từ 50 đến 105 giây, xét đến hạn chế về lượng theo sáng chế đối với nitơ bậc ba. Thời gian tăng trưởng được hiểu là thời gian để đạt đến độ cao tối đa trong thử nghiệm cốc có mở với trọng lượng 100 g thành phần polyol và 50 g thành phần isoxyanat. Hơn nữa, thời gian kem ưu tiên là trong khoảng từ 10 đến 30 giây, ưu tiên cụ thể là từ 12 đến 25 giây và cụ thể là từ 14 đến 22 giây, và thời gian gel hoặc sợi ưu tiên là từ 60 đến 180 giây, ưu tiên cụ thể là từ 70 đến 160 giây, và cụ thể là từ 75 đến 145 giây. Thời gian kem và thời gian gel được xác định ở đây theo DIN EN 14315-1:2013 ở 25°C trong thử nghiệm cốc có mở với trọng lượng 100 g thành phần polyol và 50 g thành phần isoxyanat.

Một hoặc nhiều chất tạo khí (e) cũng có mặt trong quá trình sản xuất mút xốp polyuretan. Làm chất tạo khí (e), có thể sử dụng chất tạo khí hoạt động về mặt hoá học và/hoặc hợp chất hoạt động về mặt vật lý. Chất tạo khí hoá học được hiểu là hợp chất tạo thành sản phẩm khí, ví dụ nước hoặc axit formic, bằng cách phản ứng với isoxyanat. Chất tạo khí vật lý được hiểu là hợp chất mà được hoà tan hoặc nhũ hoá trong nguyên liệu ban đầu để sản xuất polyuretan và hoá hơi trong điều kiện tạo thành polyuretan. Các chất này là, ví dụ, hydrocacbon, hydrocacbon được halogen hoá và hợp chất khác như là alkan được perflo hoá, ví dụ perflohexan, cloflocacbon, và ete, este, keton và/hoặc axetal, ví dụ hydrocacbon béo(vòng) có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon, hydrocacbon được flo hoá như là Solkane® 365 mfc, hoặc khí như là cacbon dioxit.

Theo phương án được ưu tiên, chất tạo khí được sử dụng trong hỗn hợp của các chất tạo khí này bao gồm nước, ưu tiên hơn là chỉ là nước. Lượng chất tạo khí được lựa chọn ở đây sao cho tỷ trọng của mút xốp polyuretan của sáng chế nằm trong khoảng từ 30 đến 70 g/l, ưu tiên là từ 40 đến 60 g/l và cụ thể là từ 45 đến 55 g/l. Cụ thể là, chỉ nước được sử dụng với lượng từ 1% đến 6% theo trọng lượng, ưu tiên là từ 2% đến 5% theo trọng lượng và cụ thể là từ 2,5% đến 4,5% theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của thành phần từ (b) đến (f).

Hỗn hợp phản ứng cũng bao gồm lactam (f). Trong ngữ cảnh của sáng chế, "lactam" được hiểu là amit vòng mà có thể được thế. Trong trường hợp này, liên kết amit nằm ở vòng, và ưu tiên là chỉ có một nhóm amit ở vòng. Ví dụ theo sáng chế là β -propiolactam, 2-pyrrolidon, N-metylpyrrolidon, γ -butyrolactam, δ -valerolactam (2-piperidon) và ϵ -lactam (ϵ -caprolactam). Ưu tiên cụ thể là sử dụng ϵ -caprolactam.

Ví dụ về chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia (g) được sử dụng bao gồm chất hoạt động bề mặt, chất làm ổn định mút xốp, chất điều hoà ô, chất giải phóng bên ngoài và bên trong, chất độn, chất tạo màu, chất nhuộm màu, chất làm chậm cháy, chất chống tĩnh điện, chất làm ổn định tránh bị thủy phân và chất kìm nấm và kìm khuẩn.

Chi tiết khác nữa về nguyên liệu ban đầu được sử dụng có thể tìm thấy, ví dụ, trong Kunststoffhandbuch [Plastics Handbook], volume 7, Polyurethane [Polyurethanes], edited by Günter Oertel, Carl-Hanser-Verlag, Munich, third edition 1993, chapter 5, Polyurethanweichschaumstoffe [Flexible polyurethane foam].

Khi sản xuất mút xốp polyuretan theo sáng chế, thông thường hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat (b), chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang (c) được sử dụng tùy ý, chất xúc tác (d), chất tạo khí (e), lactam (f) và chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia (g) tùy ý cũng được sử dụng được trộn để tạo thành thành phần được gọi là polyol và ở dạng này được cho phản ứng với polyisoxyanat a).

Để sản xuất mút xốp polyuretan theo sáng chế, polyisoxyanat thơm (a) được cho phản ứng với hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat với sự có mặt của chất tạo khí nêu trên, chất xúc tác và chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia (thành phần polyol). Tỷ lệ phối trộn ở đây sao cho tỷ lệ đương lượng của nhóm NCO trong polyisoxyanat (a) so với tổng lượng nguyên tử hydro có tính phản ứng trong thành phần (b) và thành phần (f) và, nếu có, thành phần (c) và thành phần (d) ưu tiên là từ 0,5 đến 0,95:1, ưu tiên là từ 0,6 đến 0,8:1 và cụ thể là từ 0,65 đến 0,75:1. Tỷ lệ 1:1 tương ứng ở đây với chỉ số isoxyanat 100.

Mút xốp polyuretan của sáng chế ưu tiên là được sản xuất bằng phương pháp một lần duy nhất, ví dụ sử dụng công nghệ áp lực cao hoặc áp suất suất. Mút xốp của sáng chế được sản xuất, ví dụ, trên băng chuyền hoặc ưu tiên là trong khuôn đúc. Mút xốp polyuretan được đúc khuôn có thể được sản xuất mở hoặc kín, ví dụ khuôn đúc kim loại.

Đặc biệt có lợi để tiến hành theo phương pháp gọi là phương pháp hai-thành phần, trong đó, như nêu trên, thành phần polyol được sản xuất và tạo mút xốp với polyisoxyanat (a). Thành phần ưu tiên được phối trộn ở nhiệt độ trong khoảng 15 và 120°C, ưu tiên là từ 20 đến 80°C, và được đưa vào khuôn hoặc đưa lên băng chuyền. Nhiệt độ trong khuôn thường trong khoảng 15 và 120°C, ưu tiên là trong khoảng 30 và 80°C. Mút xốp polyuretan được đúc khuôn được tạo thành này cũng là đối tượng của sáng chế. Mút xốp này ưu tiên là ô trống và có thể được sử dụng mà không cần uốn. Cũng ưu tiên có bề mặt không bị bong.

Mút xốp polyuretan của sáng chế ưu tiên được sử dụng trong xây dựng phương tiện, ví dụ làm lót thảm, cho đồ gỗ bọc, đồ gỗ để ngồi cố định hoặc đồ gỗ ngã gập, cho đệm giường hoặc gối tựa. Một lĩnh vực sử dụng khác là bộ phận an toàn cho xe ô tô, bề mặt đỡ, chỗ tựa tay hoặc bộ phận tương tự trong lĩnh vực đồ gỗ và trong lắp ráp ô tô.

Bất ngờ, các tác giả đã phát hiện ra là sử dụng lactam kết hợp với chất xúc tác gel và tạo khí theo sáng chế làm cho có thể giảm đáng kể sự tạo thành amin thơm, thậm chí với chỉ số isoxyanat nhỏ hơn 100 nhiều và tỷ lệ nước lớn hơn 1% theo trọng lượng, cụ thể là ở bề mặt của mút xốp được đúc ép, và ưu tiên là làm cho có thể làm giảm sự tạo thành amin thơm này xuống dưới giới hạn phát hiện. Các tác giả còn phát hiện ra là không thể phát hiện thấy lactam tự do bất kỳ như là nguồn phát thải tiềm năng ở mút xốp này trong khoảng nhiệt độ liên quan đến ứng dụng sử dụng lên đến 90°C trong khi xác định các cấu phần có thể ngưng tụ, được đo ở 90°C theo VDA 278 (tạo sương mù).

Một lợi ích khác là hàm lượng aldehyt, được đo ở mút xốp đã phản ứng hoàn toàn, tương tự có thể giảm rõ rệt, thường ở mức lớn hơn 50% so với mút xốp được xúc tác theo cách thông thường mà không có bổ sung thêm lactam. Giảm sút tính chất cơ học như là ví dụ biến dạng dư khi nén, mà được e là do kết thúc mạch bởi lactam, cũng bất ngờ không phát hiện thấy. Trái lại, cải thiện về tính chất cơ học có thể nhận thấy sau khi lão hoá cấp tốc trong autoclave ở 120°C trong 5 giờ và trong bảo quản trong điều kiện nóng và ẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây tham khảo đến ví dụ:

Nguyên liệu dưới đây được sử dụng để sản xuất mút xốp polyuretan của ví dụ thực hiện sáng chế:

Polyol 1: Polyoxypropylen-polyoxyetylen được bắt đầu từ-glyxerol có hàm lượng polyoxyetylen 13% theo trọng lượng dựa trên hàm lượng alkylen oxit, chỉ số hydroxyl 28 mg KOH/g và chủ yếu là nhóm hydroxyl bậc một.

Polyol 2: Polyme polyol dựa trên styren và acrylonitril theo tỷ lệ 2:1, hàm lượng chất rắn 44% theo trọng lượng và chỉ số hydroxyl 20 mg KOH/g.

Polyol 3: Polyoxypropylen-polyoxyetylen được bắt đầu từ-glyxerol có hàm lượng polyoxyetylen, dựa trên hàm lượng alkylen oxit 74% theo trọng lượng và chỉ số hydroxyl 42 mg KOH/g.

Polyol 4: Propoxylat được bắt đầu từ-propylen glycol có chỉ số OH 55.

Polyol 5: Polyoxypropylen-polyoxyetylen được bắt đầu từ-glyxerol có hàm lượng polyoxyetylen 14% theo trọng lượng dựa trên hàm lượng alkylen oxit và chỉ số hydroxyl 30 mg KOH/g.

Polyol 5: Polyoxypropylen-polyoxyetylen được bắt đầu với hỗn hợp của glyxerol và dietylen glycol (từ 74 đến 26 phần theo trọng lượng) và có hàm lượng polyoxyetylen, dựa trên hàm lượng alkylen oxit 10% theo trọng lượng và chỉ số hydroxyl 48 mg KOH/g.

Polyol 6: Polyoxypropylen được bắt đầu từ-glyxerol có chỉ số hydroxyl 42 mg KOH/g.

Chất xúc tác 1: 33% theo trọng lượng dung dịch chứa trietylendiamin trong dipropylen glycol.

Chất xúc tác 2: Chất xúc tác amin bậc ba, có thể kết hợp từ Evonik, mua được dưới tên thương mại Dabco®NE 300 (N-[2-[2-(dimethylamino)etoxy]etyl]-N-metyl-1,3-propandiamin).

Chất xúc tác 3: N,N-dimetyl-N',N'-di(2-hydroxypropyl)-1,3-propandiamin, có sẵn từ Huntsman dưới tên thương mại Jeffcat®DPA.

Chất xúc tác 4: polyoxypropylen được bắt đầu từ-3-(dimethylamino)propylamin có hàm lượng polyoxypropylen 77% theo trọng lượng và chỉ số hydroxyl 250 mg KOH/g.

Chất xúc tác 5: 3-(dimethylamino)propylamin.

Chất xúc tác 6: 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan (25%) trong butan-1,4-diol (75%).

Chất xúc tác 7: chất xúc tác amin Dabco® 2025 từ EVONIK (trước đây là Air Products).

Chất xúc tác 8: Dietanolamin.

Chất xúc tác 9: Hydroxymetyltrietylendiamin (66,7% theo trọng lượng) trong dipropylen glycol.

Chất xúc tác 10: N-[2-[2-(dimethylamino)etoxy]etyl]-N-metyl-1,3-propandiamin (có sẵn từ Evonik dưới tên thương mại Dabco NE 300).

Chất xúc tác 11: N-(3-dimethylaminopropyl)-N,N-diisopropanolamin (có sẵn từ Huntsman dưới tên thương mại Jeffcat®DPA).

Chất xúc tác 12: 10% theo trọng lượng dung dịch chứa dimethyltin dineodecanoat trong polyol 1, có sẵn dưới tên thương mại Fomrez®UL 28; chất xúc tác PU từ Momenitive.

Chất xúc tác 13: phức hợp kẽm có sẵn từ King Industries dưới tên thương mại K-Kat XK-614.

Isoxyanat 1: Hỗn hợp gồm MDI và chất đồng đẳng đa vòng bậc cao hơn của MDI có độ nhớt ở 25°C là 210 mPas và hàm lượng NCO 31,5% theo trọng lượng.

Isoxyanat 2: Hỗn hợp gồm 49 phần theo trọng lượng của 4,4'-MDI, 48,6 phần theo trọng lượng của 2,4'-MDI và 2,4 phần theo trọng lượng của 2,2'-MDI; hàm lượng NCO là 33,5% theo trọng lượng.

Isoxyanat 3: 4,4'-MDI monome có hàm lượng NCO 33,5% theo trọng lượng.
Chất làm ổn định: chất làm ổn định silicon phát thải thấp.

Chất làm sạch: anhydrit của axit dodecylsuccinic.

Bắt đầu từ nguyên liệu ban đầu đưa ra trong bảng 1, tám panen thử nghiệm với kích thước 18,5 x 19,5 x 3,8 cm được sản xuất trong khuôn kín. Quá trình này bao gồm điều chế thành phần polyol theo thành phần đưa ra trong bảng, phối trộn thành phần polyol này với thành phần isoxyanat cụ thể ở chỉ số isoxyanat cụ thể trong đầu trộn áp lực cao ở 35°C, và cho hỗn hợp này vào khuôn đã gia nhiệt lên 60°C. Lượng nguyên liệu là dựa trên phần theo trọng lượng theo %, hàm lượng nitơ bậc ba/100 g mút xốp được đưa ra theo mol/100 g mút xốp và nồng độ MDA được đưa ra theo ppm. Chỉ hợp chất có độ phản ứng tương đối, dựa trên triethylendiamin, ít nhất là 5% được đưa vào để tính toán hàm lượng nitơ bậc ba. Tháo khuôn sau 5 phút; tỷ trọng khoảng 50 g/dm³.

Bảng 1

Thành phần polyol	So sánh 1	So sánh 2	So sánh 3	So sánh 4	So sánh 5
Polyol 1	64,85	64,22	64,22	63,60	63,35

Polyol 2	15,00	15,00	15,00	15,00	15,00
Polyol 3	14,00	14,00	14,00	14,00	14,00
Chất xúc tác 1	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Chất xúc tác 2	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Chất xúc tác 3	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Chất xúc tác 4	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Chất xúc tác 12	-	-	-	-	-
ϵ -caprolactam	0,00	0,31	0,63	1,25	1,50
Chất làm ổn định	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Nước	3,45	3,45	3,45	3,45	3,45
Thành phần isoxyanat					
Isoxyanat 1	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5
Isoxyanat 2	42,1	42,1	42,1	42,1	42,1
Isoxyanat 3	20,4	20,4	20,4	20,4	20,4
Chỉ số	75,0	75,0	75,0	75,0	75,0
2,4'-MDA	87	77	70	57	32
4,4'-MDA	6	5	4	3	<1
Hàm lượng nitơ bậc ba/100 g mút xốp	0,021	0,021	0,021	0,021	0,021

Bảng 1 (tiếp)

Thành phần polyol	So sánh 6	Ví dụ 1	So sánh 7	Ví dụ 2	So sánh 8	Ví dụ 3
Polyol 1	62,35	65,85				
Polyol 2	15,00	15,00			32	32
Polyol 3	14,00	14,00	78	76,5	4,8	4,8
Polyol 4	-	-	16	16		
Polyol 5			2	2	58,05	58,10
Chất xúc tác 1	0,10	-	0,4			
Chất xúc tác 2	0,10	0,10		0,2		0,2
Chất xúc tác 3	1,00	-				
Chất xúc tác 4	1,00					

Chất xúc tác 5			0,1		0,25	
Chất xúc tác 6					0,45	
Chất xúc tác 7					0,25	
Chất xúc tác 8					0,2	0,2
Chất xúc tác 12	-	0,10		0,3		0,3
anhydride của axit dodecylsuccinic	2,50	-				
ϵ -caprolactam		1,50		1,50		0,5
Chất làm ổn định	0,50	0,50	0,02	0,02	0,4	0,4
Nước	3,45	3,45	3,5	3,5	3,55	3,55
Thành phần isoxyanat						
Isoxyanat 1	37,5	37,5	20	20	40	40
Isoxyanat 2	42,1	42,1	80	80	50	50
Isoxyanat 3	20,4	20,4			10	10
Index	75,0	75,0	75	75		
2,4-MDA			3	<1		
2,4'-MDA	49	<1	18	<1	24	<1
4,4'-MDA	2	<1	<1	<1	3	<1
Hàm lượng nitơ bậc ba/100 g mút xốp	0,021	0,00066	0,0043	0,00065	0,003+x(Dabco 2025)	0,0013

Mút xốp polyuretan khác nữa được sản xuất theo bảng 2 theo quy trình tương tự và tính chất cơ học cũng được xác định ngoài hàm lượng MDA. Các tính chất này cũng được đưa ra trong bảng 2. Trong thí nghiệm so sánh 10 và ví dụ 8, tiền polyme isoxyanat tương ứng được sử dụng mà đã thu được từ thành phần đã nêu cụ thể.

Bảng 2

Thành phần polyol	So sánh 9	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	So sánh 10	Ví dụ 8
Polyol 1	64,85	63,85	66,25	65,15	65,05	76,6	76,6
Polyol 2	15,00	15,00	15,00	15,00	15,00	15	15
Polyol 3	14,00	14,00	14,00	14,00	14,00	2	2
Chất xúc tác 1	0,10	-	-	-	-	0,1	
Chất xúc tác 2	0,10	0,10	0,10	0,10	0,20		
Chất xúc tác 3	1,00	-	-	-	-		
Chất xúc tác 4	1,00					1,0	
Chất xúc tác 9							0,2
Chất xúc tác 10						0,1	0,2
Chất xúc tác 11						1	
Chất xúc tác 12	-	0,10	0,20	0,30	0,30		
Chất xúc tác 13							0,3
ϵ -caprolactam	-	3,00	1,50	1,50	1,50		1,5
Chất làm ổn định	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,7	0,7
Nước	3,45	3,45	3,45	3,45	3,45	3,5	3,5
Thành phần isoxyanat	14,00	14,00	14,00	14,00	14,00		
Isoxyanat 1	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	36	36
Isoxyanat 2	42,1	42,1	42,1	42,1	42,1	32	32
Isoxyanat 3	20,4	20,4	20,4	20,4	20,4	20	20
Polyol 3						2	2
Polyol 6						10	10
Chỉ số	70,0	70,0	70,0	70,0	70,0	70	70

Thời gian kem [giây]	14	22	22	21	16	12	12
Thời gian gel [giây]	53	104	104	93	70	51	49
Thời gian tăng trưởng [giây]	76	145	145	135	100	72	70
2,2'-MDA						6	1
2,4'-MDA	96	<1	<1	<1	<1	78	2
4,4'-MDA	7	<1	<1	<1	<1	5	<1
Hàm lượng nitơ bạc ba/100 g mút xốp	0,021	0,00066	0,00066	0,00066	0,0013	0,0072	0,0013

Bảng 3 liệt kê tính chất cơ học mà được xác định cho mút xốp của ví dụ so sánh 8 và ví dụ từ 2 đến 5.

	So sánh 7	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	So sánh 8	Ví dụ 10
Độ cứng ép nén 40% [kPa]	4,1	6,4	6,4	5,0	4,9	3,9	3,6
Độ cứng ép nén 65% [kPa]	9,2	14,3	14,3	11,0	10,7	8,8	8,1
Độ trễ ở ép nén 70% [%]	24,0	27,7	27,7	23,0	23,4	n.d.	n.d.
Tỷ trọng [kg/m ³]	55,3	56,4	56,4	50,6	51,0	55,2	55,2
Biến dạng dư khi nén ở ép nén 50% [%]	9,5	5,8	5,8	6,2	6,5	9,5	11,7
Biến dạng dư khi nén ở ép nén 75% [%]	62,8	7,1	7,1	7,3	7,8	n.d.	n.d.
Biến dạng dư khi nén ở ép nén 90% [%]	83,2	57,5	57,5	64,9	76,3	n.d.	n.d.
Độ bền kéo đứt [kPa]	90	107	107	117	122	92	80
Độ giãn dài khi đứt [%]	99	106	106	107	109	95	97
Độ thấm khí [dm ³ /s]	0,349	0,901	0,901	0,477	0,410	Closed index celled	open-cell
Độ biến dạng đàn hồi dội lại [%]	54	52	52	58	58	54	48
Độ bền lan rộng chỗ rách [N/mm]	0,37	0,52	0,52	0,42	0,41	0,40	0,35
Biến dạng dư khi nén sau lão hoá autoclave (ép 50%/5 giờ/120°C, 3 chu trình) [%]	55,0	10,1	10,1	12,3	11,3	44,1	27,4
Phát thải formaldehyt [µg/m ³]	726	n.d.	n.d.	n.d.	341	n.d.	n.d.
Phát thải axetaldehyt [µg/m ³]	140	n.d.	n.d.	n.d.	60	n.d.	n.d.
FOG* [ppm]	259	n.d.	n.d.	n.d.	109	n.d.	n.d.

* được đo theo hướng dẫn xác định giá trị phát thải.

n.d. = không được xác định

Bảng 3 chứng tỏ là sử dụng chất xúc tác theo sáng chế mang lại trong một vài trường hợp cải thiện đáng kể ở các tính chất cơ học được đo. Nhận thấy có cải thiện, với tỷ trọng tương đương của mút xốp, ở biến dạng dư khi nén, được đo ở mức biến dạng 50, 75 và 90%, hàm lượng ô-trống (được đo như độ thấm khí) và cụ thể là và bất ngờ là biến dạng dư khi nén sau lão hoá autoclave (ép nén 50%/5 giờ/120°C, 3 chu trình). Các giá trị này được xác định như sau:

Thử cơ học	Phương pháp
Độ cứng ép nén ở ép nén 25%, 40% và 65%	DIN EN ISO 3386
Độ trễ ở ép nén 70%	DIN EN ISO 3386
Tỷ trọng	DIN EN ISO 845
Biến dạng dư khi nén (ép nén 22 giờ/70°C/50%) Biến dạng dư khi nén sau lão hoá autoclave	DIN EN ISO 1856 Theo tiêu chuẩn DIN ISO 1856, sau 5 giờ bảo quản trong autoclave ở 120 độ C và ép nén 50% (3 chu trình).
Độ bền kéo đứt	DIN EN ISO 1798
Độ giãn dài khi đứt	DIN EN ISO 1798
Độ bền lan rộng chỗ rách (sâu với vết khía hình chữ V)	DIN EN ISO 34-1,B (b)
Độ biến dạng đàn hồi dội lại	DIN EN ISO 8307

Giá trị phát thải:

Mẫu mút xốp từ ví dụ so sánh 8 và ví dụ 9 được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp buồng tiếp đó là HPLC. Formaldehyt được xác định bằng quy trình tương tự ASTM D-5116-06. Cỡ buồng là 4,7 l. Mẫu polyuretan được sử dụng là mút xốp có kích cỡ 110 mm x 100 mm x 25 mm từ lõi mút xốp. Nhiệt độ trong buồng đo trong quá trình đo là 65°C, độ ẩm tương đối 50%. Tốc độ thay đổi không khí là 3,0 l/giờ. Dòng khí xả bao gồm aldehyt bay hơi từ polyuretan được cho qua hộp bao gồm oxit silic được bao phủ bằng 2,4-dinitrophenylhydrazin trong 120 phút. Hộp DNPH

sau đó được rửa giải bằng hỗn hợp gồm axetonitril và nước. Nồng độ formaldehyt trong dịch rửa giải được xác định bằng HPLC. Trong thí nghiệm này, giới hạn phát hiện đối với phát thải formaldehyt là $\leq 11 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, hàm lượng amin thơm được xác định như sau:

Hàm lượng amin thơm được xác định trên sản phẩm đúc khuôn được làm từ mút xốp polyuretan linh hoạt được đúc khuôn theo phương pháp thử ISOPA I.I.I.: phương pháp xác định đối với MDA (ISOPA I.I.I. ref. 11399, "Robust method for the determination of the diaminodiphenylmetan content of flexible polyurethane foam"). Cho mục đích này, mẫu được cắt sau khi sản xuất và đóng gói ngay trong màng giấy nhôm và túi chất dẻo. Thời gian từ khi lấy khỏi khuôn và đóng gói là 30 phút.

Bề mặt của mút xốp được đúc khuôn được cắt thành từng tấm panen có độ dày 0,5 cm. Mẫu kích thước 3 cm x 3 cm mỗi miếng được cắt từ tấm panen này và xếp với lên nhau tạo thành hình khối lập phương 3 x 3 x 3 cm và đo. Khối lập phương mút xốp linh hoạt được cho vào cốc có mỏ có 10 ml 1% axit axetic (được đưa ra theo % theo khối lượng). Khối lập phương được bóp vắt hai mươi lần bằng cách sử dụng búa đầm (đường kính khoảng 4 cm) và dung dịch được chuyển vào bình nón 50 ml. Quy trình đầm sau đó được lặp lại hai lần với 10 ml 1% axit axetic mỗi lần, axit axetic này cũng được chuyển vào bình nón sau quy trình đầm. Sau khi gộp dịch chiết thu được, thêm vào hỗn hợp đến thể tích 50 ml bằng 1% axit axetic. Dung dịch này được lọc qua màng lọc 0,45 μm để chuẩn bị cho phân tích HPLC. Thực hiện đo lặp lại hai lần trong tất cả các trường hợp. Hàm lượng MDA được đưa ra theo ppm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất mút xốp polyuretan có tỷ trọng từ 30 g/dm³ đến 70 g/dm³, trong đó:
 - a) polyisoxyanat thơm được trộn với
 - b) hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat,
 - c) tùy ý chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang,
 - d) chất xúc tác,
 - e) chất tạo khí, bao gồm nước,
 - f) từ 0,1% đến 5% trọng lượng là lactam, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần từ (a) đến (f), và
 - g) tùy ý chất phụ gia,

với chỉ số isoxyanat từ 50 đến 95 để tạo thành hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp phản ứng này được chuyển hoá thành mút xốp polyuretan linh hoạt,

trong đó chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại và chất xúc tác amin và chất xúc tác amin có nguyên tử nitơ bậc ba và được sử dụng với lượng sao cho hàm lượng nguyên tử nitơ bậc ba trong chất xúc tác amin, dựa trên trọng lượng của các thành phần từ (a) đến (f) ban đầu, là từ 0,0001 đến 0,003 mol/100 g mút xốp.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó chất xúc tác amin có độ phản ứng ít nhất là 5%, dựa trên 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan.
3. Quy trình theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất xúc tác được sử dụng với lượng sao cho hỗn hợp phản ứng polyuretan có thời gian tăng trưởng từ 30 đến 150 giây.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hàm lượng nước, dựa trên thành phần từ (b) đến (f), là từ 1% đến 5% theo trọng lượng.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó không có mặt chất tạo khí nào khác ngoài nước.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lactam (f) là ϵ -caprolactam.

7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chất xúc tác amin có ít nhất một nhóm có tính phản ứng-isoxyanat.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chất xúc tác amin có hai nguyên tử nitơ bậc ba trong phân tử.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó nguyên tử nitơ bậc ba của chất xúc tác amin có ít nhất một gốc metylen H_3C - hoặc gốc etylen $\text{H}_3\text{C}-\text{H}_2\text{C}$ -.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chất xúc tác amin được chọn từ nhóm gồm bisdimetylaminopropylure, bis(N,N-dimetylaminooxyetyl)carbamate, dimetylaminopropylure, N,N,N-trimetyl-N-hydroxyetylbis(aminopropyl ete), N,N,N-trimetyl-N-hydroxyetylbis(aminoetyl ete), dietyletanolamin, bis(N,N-dimetyl-3-aminopropyl)amin, dimetylaminopropylamin, 3-dimetylaminopropyl-N,N-dimetylpropan-1,3-diamin, dimetyl-2-(2-aminoetoxyetanol) và (1,3-bis(dimetylaminopropyl)propan-2-ol), N,N-bis(3-dimetylaminopropyl)-N-isopropanolamin, bis(dimetylaminopropyl)-2-hydroxyetylamin, N,N,N-trimetyl-N-(3 aminopropyl)bis(aminoetyl ete), 3-dimetylaminoisopropyldiisopropanolamin, N-[2-[2-(dimetylaminooxy)etyl]-N-metyl-1,3-propandiamin và hỗn hợp của chúng.
11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chất xúc tác kim loại là chất xúc tác thiếc (IV).
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó polyisoxyanat thơm bao gồm chất đồng phân và chất đồng đẳng của diphenylmetan diisoxyanat.
13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó, để điều chế hỗn hợp phản ứng, thành phần isoxyanat (A), bao gồm polyisoxyanat thơm (a), và thành phần polyol (B), bao gồm hỗn hợp, bao gồm hợp chất polyme có nhóm phản ứng-isoxyanat (b), chất xúc tác (d) và chất tạo khí, bao gồm nước (e), được phối trộn.
14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó hỗn hợp phản ứng này được chuyển hoá thành mút xốp polyuretan linh hoạt trong khuôn.

15. Mút xốp polyuretan có thể thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14.
16. Mút xốp polyuretan theo điểm 15, trong đó mút xốp này là gối tựa, đệm ghế, hoặc đệm giường.