



(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)



1-0044711

(51)^{2020.01} C08J 9/12; C08J 9/14; C08J 9/00

(13) B

(21) 1-2021-00537

(22) 02/07/2019

(86) PCT/FR2019/051625 02/07/2019

(87) WO2020/008133 09/01/2020

(30) 1856128 03/07/2018 FR

(45) 25/04/2025 445

(43) 25/05/2021 398A

(71) ARKEMA FRANCE (FR)

420 rue d'Estienne d'Orves, 92700 Colombes, France

(72) COCQUET, Clio (FR); CHEMINET, Helena (FR); DEYRAIL, Yves (FR); DURIN, Audrey (FR); MIRALLES, Marc (FR).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT BỘT XỐP COPOLYME CHỨA POLYAMIT KHỐI VÀ POLYETE KHỐI

(21) 1-2021-00537

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất bột xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối, bao gồm các bước sau:

- trộn copolyme nóng chảy với chất tạo khí, copolyme này có hệ số khuếch tán nhiệt a và nhiệt độ kết tinh hóa T_c ;
- cung cấp khuôn có độ dày h ở nhiệt độ T_m ;
- bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí ở nhiệt độ T_p , vào khuôn đóng;
- tạo bột hỗn hợp bằng cách mở khuôn;

trong đó thời gian duy trì giữa thời điểm bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí vào khuôn đóng đến lúc mở khuôn nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 25\%)$ đến $(t_{opt} + 25\%)$, t_{opt} được biểu thị theo giây và thu được theo phương trình (I):

$$t_{opt} = -\frac{1}{\pi^2} \frac{h^2}{a} \ln \left(\frac{\pi T_m - T_c}{4 T_m - T_p} \right) \quad (I),$$

trong đó a được biểu thị theo m^2/s , h được biểu thị theo m và T_m , T_c và T_p được biểu thị theo $^\circ\text{C}$.

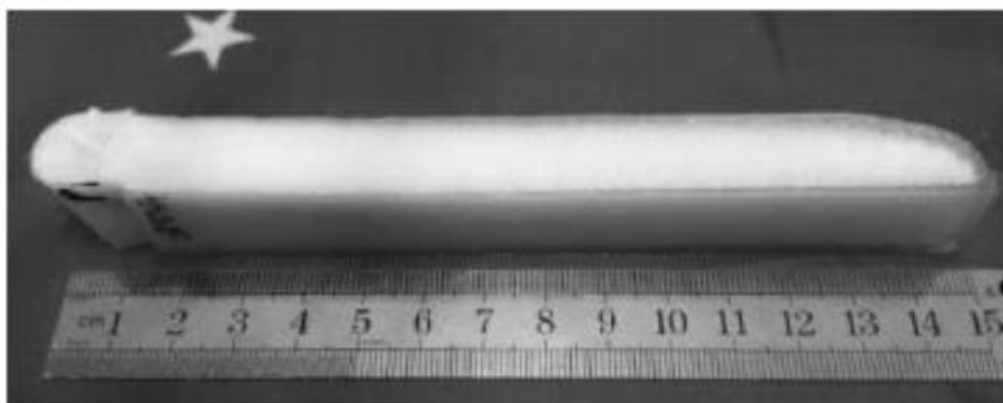


FIG 1D

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất bọt xốp được tạo thành từ copolyme chứa polyamit khối và polyete khối

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều loại bọt xốp polyme được sử dụng đáng kể trong lĩnh vực dụng cụ thể thao, như đế giày hoặc thành phần đế giày, găng tay, vợt hoặc bóng gôn, các vật dụng bảo vệ cá nhân để luyện tập thể thao (áo khoác, các chi tiết bên trong mũ bảo hiểm, vỏ mũ, v.v.). Ví dụ, bọt xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối (hoặc bọt xốp PEBA) là đặc biệt thích hợp cho các ứng dụng này.

Các ứng dụng như vậy cần tập hợp các đặc tính vật lý riêng biệt bảo đảm khả năng bật lại, biến dạng dư khi nén thấp, và khả năng chịu các tác động lặp lại mà không biến dạng và khả năng trở về hình dạng ban đầu.

Chất lượng và đặc tính của bọt xốp bị ảnh hưởng, *ngoài những cái khác*, bởi quy trình sản xuất chúng, đáng chú ý khi chúng được sản xuất bằng cách đúc phun nhờ kỹ thuật mở khuôn (việc tạo bọt xảy ra bằng cách mở khuôn) hoặc kỹ thuật “rút lõi” (việc tạo bọt xảy ra bằng cách rút lõi bên trong khuôn).

Tài liệu của Ries *et al.*, Foam injection molding of thermoplastic elastomers: blowing agents, foaming process and characterization of structural foams, *AIP Conference Proceedings*, tập 1593, trang 401-410 (2014) bộc lộ quy trình đúc phun bọt xốp TPE (chất đàn hồi dẻo nhiệt) bằng cách sử dụng kỹ thuật “rút lõi”, khuôn được mở ngay khi polyme nóng chảy được nạp vào khuôn.

Tài liệu của Ishikawa *et al.*, Polypropylene/CO₂ foaming in core-back molding, *Society of Plastics Engineers* (2011) mô tả việc tạo bọt polypropylen bằng cách sử dụng CO₂ nhờ quy trình đúc phun “rút lõi”. Khuôn này được mở trong thời gian ít hơn một giây sau khi bơm polyme.

Tài liệu của Spörrer *et al.*, Controlling Morphology of Injection Molded Structural Foams by Mold Design and Processing Parameters, *Journal of Cellular*

Plastics, tập 43, trang 313-330 (2007) mô tả quy trình đúc phun polypropylen, trong đó khuôn được mở sau khi trễ 2, 4 hoặc 5 giây.

FR 3047245 mô tả bột PEBA thu được nhờ quy trình đúc phun trong đó thời gian duy trì trước khi mở khuôn nằm trong khoảng từ 25 đến 40 giây.

Do đó, có nhu cầu tìm ra quy trình sản xuất bột xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối, có thể tạo ra mật độ bột thấp và đều.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất bột xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối, bao gồm các bước sau:

- trộn copolyme nóng chảy với chất tạo khí, copolyme này có hệ số khuếch tán nhiệt a và nhiệt độ kết tinh hóa T_c ;
- cung cấp khuôn có độ dày h ở nhiệt độ T_m ;
- bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí ở nhiệt độ T_p , vào khuôn đóng;
- tạo bột hỗn hợp bằng cách mở khuôn;

trong đó thời gian duy trì giữa thời điểm bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí vào khuôn đóng đến lúc mở khuôn nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 25\%)$ đến $(t_{opt} + 25\%)$, t_{opt} được biểu thị theo giây và thu được theo phương trình (I):

$$t_{opt} = -\frac{1}{\pi^2} \frac{h^2}{a} \ln \left(\frac{\pi T_m - T_c}{4 T_m - T_p} \right) \quad (I),$$

trong đó a được biểu thị theo m^2/s , h được biểu thị theo m và T_m , T_c và T_p được biểu thị theo $^{\circ}C$.

Theo các phương án nhất định, thời gian duy trì nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 20\%)$ đến $(t_{opt} + 20\%)$, tốt hơn là từ $(t_{opt} - 15\%)$ đến $(t_{opt} + 15\%)$ và tốt hơn nữa là từ $(t_{opt} - 10\%)$ đến $(t_{opt} + 10\%)$.

Theo các phương án nhất định, chất tạo khí là chất tạo khí lý học.

Theo các phương án nhất định, chất tạo khí lý học được chọn từ dinitơ, cacbon dioxit, hydrocacbon, cloflocacbon, hydroclocacbon, hydroflocacbon và hydroclocflocacbon.

Theo các phương án nhất định, chất tạo khí có mặt trong hỗn hợp này với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 5%, tốt hơn là từ 0,2% đến 2%, còn tốt hơn nữa là từ

0,2% đến 1%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.

Theo các phương án nhất định, polyamit khối là khối polyamit 6, polyamit 11, polyamit 12, polyamit 5.4, polyamit 5.9, polyamit 5.10, polyamit 5.12, polyamit 5.13, polyamit 5.14, polyamit 5.16, polyamit 5.18, polyamit 5.36, polyamit 6.4, polyamit 6.9, polyamit 6.10, polyamit 6.12, polyamit 6.13, polyamit 6.14, polyamit 6.16, polyamit 6.18, polyamit 6.36, polyamit 10.4, polyamit 10.9, polyamit 10.10, polyamit 10.12, polyamit 10.13, polyamit 10.14, polyamit 10.16, polyamit 10.18, polyamit 10.36, polyamit 10.T, polyamit 12.4, polyamit 12.9, polyamit 12.10, polyamit 12.12, polyamit 12.13, polyamit 12.14, polyamit 12.16, polyamit 12.18, polyamit 12.36, polyamit 12.T hoặc hỗn hợp của chúng, hoặc copolyme của chúng, tốt hơn là polyamit 11, polyamit 12, polyamit 6 hoặc polyamit 6.10.

Theo các phương án nhất định, polyete khối là khối polyetylen glycol, propylen glycol, polytrimetylen glycol, polytetrahydrofuran, hoặc hỗn hợp của chúng, hoặc copolyme của chúng, tốt hơn là polyetylen glycol hoặc polytetrahydro-furan.

Theo các phương án nhất định:

- polyamit khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 100 đến 20 000 g/mol, tốt hơn là từ 200 đến 10 000 g/mol, còn tốt hơn nữa là từ 200 đến 1500 g/mol; và/hoặc
- polyete khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 100 đến 6000 g/mol, tốt hơn là từ 200 đến 3000 g/mol, còn tốt hơn nữa là từ 800 đến 2500 g/mol.

Theo các phương án nhất định, tỷ lệ khối lượng của polyamit khối tính theo polyete khối của copolyme nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10, tốt hơn là từ 0,3 đến 3, còn tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 0,9.

Theo các phương án nhất định, quy trình này bao gồm bước trộn copolyme nóng chảy với chất tạo khí và với một hoặc nhiều chất phụ gia, tốt hơn là được chọn từ copolyme của etylen và vinyl axetat, copolyme của etylen và acrylat, và copolyme của etylen và alkyl (meth)acrylat.

Theo các phương án nhất định, nhiệt độ T_p nằm trong khoảng từ 170°C đến 300°C, tốt hơn là từ 180°C đến 250°C.

Theo các phương án nhất định, nhiệt độ T_m nằm trong khoảng từ 10°C đến 100°C, tốt hơn là từ 20°C đến 80°C.

Theo các phương án nhất định, khuôn được mở đến độ dài nằm trong khoảng từ 1 đến 30 mm, tốt hơn là từ 2 đến 15 mm.

Theo các phương án nhất định, áp suất được đặt lên khuôn trong thời gian duy trì nằm trong khoảng từ 100 đến 300 MPa, tốt hơn là từ 150 đến 250 MPa.

Theo các phương án nhất định, bột xốp có mật độ nhỏ hơn hoặc bằng 600 kg/m³, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 400 kg/m³, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 300 kg/m³.

Sáng chế đáp ứng được các yêu cầu nêu trên. Cụ thể hơn, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất, bằng cách đúc phun, bột xốp copolyme được cải tiến chứa polyamit khối và polyete khối, khiến cho có thể thu được mật độ bọt thấp và đều.

Quy trình này được thực hiện bằng cách áp dụng thời gian duy trì cụ thể (giữa thời điểm bơm copolyme nóng chảy vào khuôn và mở khuôn). Thời gian duy trì này được điều chỉnh như hàm số của hệ số khuếch tán nhiệt và nhiệt độ kết tinh hóa của copolyme, độ dày khuôn và nhiệt độ và nhiệt độ của copolyme trong quá trình bơm chúng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1A đến Fig.1G là ảnh chụp khuôn thu được bằng cách đúc phun theo các quy trình được mô tả trong Ví dụ 1.

Fig.1A tương ứng với thời gian duy trì là 10 giây.

Fig.1B tương ứng với thời gian duy trì là 20 giây.

Fig.1C tương ứng với thời gian duy trì là 30 giây.

Fig.1D tương ứng với thời gian duy trì là 35 giây.

Fig.1E tương ứng với thời gian duy trì là 40 giây.

Fig.1F tương ứng với thời gian duy trì là 45 giây.

Fig.1G tương ứng với thời gian duy trì là 50 giây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn và theo cách không nhằm mục đích giới hạn phạm vi của sáng chế qua phần mô tả dưới đây.

Trừ khi có quy định khác, toàn bộ các tỷ lệ phần trăm đều là tỷ lệ phần trăm khối lượng.

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất bột xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối (hoặc PEBA).

PEBA thu được từ sự đa trùng ngưng của polyamit khối chứa đầu phản ứng với khối polyete chứa đầu phản ứng, như, trong số các ví dụ khác, sự đa trùng ngưng:

1) polyamit khối chứa nhóm kết thúc chuỗi diamin với khối polyoxyalkylen chứa nhóm kết thúc chuỗi dicarboxylic;

2) polyamit khối chứa nhóm kết thúc chuỗi dicarboxylic với khối polyoxyalkylen chứa nhóm kết thúc chuỗi diamin, thu được, ví dụ, bằng cách [1] xynoetyl hóa và hydro hóa khối polyoxyalkylen béo được α,ω -dihydroxyl hóa, được biết là polyetediol;

3) polyamit khối chứa các vị trí phản ứng ở cuối mạch là dicarboxylic với các polyetediol, các sản phẩm này thu được trong trường hợp cụ thể này là các polyeteesteamit.

Các polyamit khối chứa các nhóm dicarboxylic ở cuối mạch bắt nguồn từ, ví dụ, việc ngưng tụ các tiền chất polyamit với sự có mặt của axit dicarboxylic giới hạn mạch. Các polyamit khối chứa các nhóm diamin ở cuối mạch bắt nguồn từ, ví dụ, việc ngưng tụ các tiền chất polyamit với sự có mặt của diamin giới hạn mạch.

Ba loại polyamit khối có thể được sử dụng một cách có lợi.

Theo loại thứ nhất, các polyamit khối bắt nguồn từ việc ngưng tụ axit dicarboxylic, cụ thể là các khối có từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, tốt hơn là các khối có từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon, và việc ngưng tụ diamin béo hoặc thơm, cụ thể là các khối có từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon, tốt hơn là các khối có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon.

Ví dụ về các axit dicarboxylic có thể được kể đến là axit 1,4-xyclohexan dicarboxylic, axit butandioic, axit adipic, axit azelaic, axit suberic, axit sebaxic, axit

đodecan dicarboxylic, axit octadecan dicarboxylic, axit terephthalic, axit isophthalic, cũng như các axit béo đã được đime hóa.

Ví dụ về các diamin bao gồm tetrametylendiamin, hexametylendiamin, 1,10-decametylendiamin, dodecametylendiamin, trimetylhexametylendiamin, các chất đồng phân của bis(4-aminocyclohexyl)metan (BACM), bis(3-metyl-4-aminocyclohexyl)metan (BMACM), và 2-2,2-bis(3-metyl-4-aminocyclohexyl) propan (BMACP), para-aminodixyclohexylmetan (PACM), isophorondiamin (IPDA), 2,6-bis(aminometyl)norbornan (BAMN) và piperazin (Pip).

Một cách có lợi, các polyamit khối PA 4.12, PA 4.14, PA 4.18, PA 6.10, PA 6.12, PA 6.14, PA 6.18, PA 9.12, PA 10.10, PA 10.12, PA 10.14 và PA 10.18 được sử dụng. Trong ký hiệu PA X.Y, X là số nguyên tử cacbon bắt nguồn từ các gốc diamin và Y là số nguyên tử cacbon bắt nguồn từ các gốc axit, như thông thường.

Theo loại thứ hai, các polyamit khối thu được từ sự trùng ngưng của một hoặc nhiều axit α,ω -aminocarboxylic và/hoặc một hoặc nhiều lactam có từ 6 đến 12 nguyên tử cacbon với sự có mặt của axit dicarboxylic có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon hoặc của diamin. Ví dụ về lactam có thể được kể đến là caprolactam, oenantholactam và lauryllactam. Ví dụ về axit α,ω -aminocarboxylic, có thể được kể đến là axit aminocaproic, axit 7-aminoheptanoic, axit 11-aminoundecanoic và axit 12-aminododecanoic.

Một cách có lợi, các polyamit khối thuộc loại thứ hai là các khối PA 11 (polyundecanamit), PA 12 (polydodecanamit) hoặc PA 6 (polycaprolactam). Trong ký hiệu PA X, X là số nguyên tử cacbon có nguồn gốc từ các gốc axit amin.

Theo loại thứ ba, các polyamit khối thu được từ sự trùng ngưng của ít nhất một axit α,ω -aminocarboxylic (hoặc lactam), ít nhất một diamin và ít nhất một axit dicarboxylic.

Trong trường hợp này, các polyamit PA khối được chuẩn bị bằng cách đa trùng ngưng:

- (các) diamin béo hoặc thơm mạch thẳng chứa X nguyên tử cacbon;
- (các) axit dicarboxylic chứa Y nguyên tử cacbon; và

- (các) comonome hoặc các comonome $\{Z\}$, được chọn từ các lactam và các axit α,ω -aminocarboxylic chứa Z nguyên tử cacbon và hỗn hợp đẳng phân tử gồm ít nhất một diamin chứa X1 nguyên tử cacbon và ít nhất một axit dicarboxylic chứa Y1 nguyên tử cacbon, (X1, Y1) là khác với (X, Y);
- (các) comonome $\{Z\}$ này được đưa vào theo tỷ lệ trọng lượng có lợi lên đến 50%, tốt hơn là lên đến 20%, tốt hơn nữa là lên đến 10% so với tổng lượng monome tiền chất polyamit;
- với sự có mặt của chất giới hạn mạch được chọn từ axit dicarboxylic.

Một cách có lợi, axit dicarboxylic chứa Y nguyên tử cacbon này được sử dụng làm chất giới hạn chuỗi, mà được đưa vào với lượng dư so với hệ số tỷ lệ lượng của (các) diamin.

Theo biến thể của loại thứ ba này, các khối polyamit thu được từ sự trùng ngưng của ít nhất hai axit α,ω -aminocarboxylic hoặc từ ít nhất hai lactam chứa 6 đến 12 nguyên tử cacbon hoặc từ một lactam và một axit aminocarboxylic không có cùng số lượng nguyên tử cacbon tùy ý với sự có mặt của chất giới hạn chuỗi. Ví dụ về axit α,ω -aminocarboxylic béo, có thể được kể đến là axit aminocaproic, axit 7-aminoheptanoic, axit 11-aminoundecanoic và axit 12-aminododecanoic. Ví dụ về lactam có thể được kể đến là caprolactam, oenantholactam và lauryllactam. Ví dụ về diamin béo, có thể được kể đến là hexametylendiamin, dodecametylendiamin và trimethylhexametylendiamin. Ví dụ về cyclobéo diaxit, có thể được kể đến là 1,4-cyclohexandicarboxylic axit. Ví dụ về các điaxit béo có thể được kể đến là axit butandioic, axit adipic, axit azelaic, axit suberic, axit sebaxic, axit dodecandicarboxylic, và các axit béo đã được dime hóa. Các axit béo dime hóa tốt hơn là có hàm lượng dime ít nhất là 98%; tốt hơn là chúng được hydro hóa; chúng là, ví dụ, các sản phẩm được bán dưới tên thương mại Pripol bởi công ty Croda, hoặc dưới tên thương mại Empol bởi công ty BASF, hoặc dưới tên thương mại Radiaxit bởi công ty Oleon, và polyoxyalkylen α,ω -diaxit. Ví dụ về các điaxit thơm có thể được kể đến bao gồm axit terephthalic (T) và axit isophthalic (I). Ví dụ về các diamin xyclo béo có thể được kể đến bao gồm các chất đồng phân của bis(4-aminocyclohexyl)metan (BACM), bis(3-metyl-4-aminocyclohexyl)metan (BMACM) và 2-2,2-bis(3-metyl-4-

aminocyclohexyl)propan (BMACP), và para-aminodicyclohexylmetan (PACM). Các diamin khác được sử dụng phổ biến khác có thể là isophorondiamin (IPDA), 2,6-bis(aminometyl)norbornan (BAMN) và piperazin.

Ví dụ về polyamit khối thuộc loại thứ ba, có thể được kể đến là các chất sau:

- PA 6.6/6, trong đó 6.6 biểu thị đơn vị hexametylendiamin được trùng ngưng với axit adipic và 6 biểu thị đơn vị thu được từ sự trùng ngưng của caprolactam;
- PA 6.6/6.10/11/12, trong đó 6.6 biểu thị hexametylendiamin được trùng ngưng với axit adipic, 6.10 biểu thị hexametylendiamin được trùng ngưng với axit sebacic, và 11 biểu thị đơn vị thu được từ sự trùng ngưng của axit aminoundecanoic, và 12 biểu thị đơn vị thu được từ sự trùng ngưng của lauryllactam.

Các ký hiệu PA X/Y, PA X/Y/Z, v.v. đề cập đến các copolyamit trong đó X, Y, Z, v.v. biểu diễn các đơn vị homopolyamit như được mô tả trên đây.

Một cách có lợi, các polyamit khối của copolyme được sử dụng trong sáng chế bao gồm các polyamit khối PA 6, PA 11, PA 12, PA 5.4, PA 5.9, PA 5.10, PA 5.12, PA 5.13, PA 5.14, PA 5.16, PA 5.18, PA 5.36, PA 6.4, PA 6.9, PA 6.10, PA 6.12, PA 6.13, PA 6.14, PA 6.16, PA 6.18, PA 6.36, PA 10.4, PA 10.9, PA 10.10, PA 10.12, PA 10.13, PA 10.14, PA 10.16, PA 10.18, PA 10.36, PA 10.T, PA 12.4, PA 12.9, PA 12.10, PA 12.12, PA 12.13, PA 12.14, PA 12.16, PA 12.18, PA 12.36, PA 12.T, hoặc các hỗn hợp hoặc copolyme của chúng; và tốt hơn là bao gồm các polyamit khối PA 6, PA 11, PA 12, PA 6.10, PA 10.10, PA 10.12, hoặc các hỗn hợp hoặc copolyme của chúng.

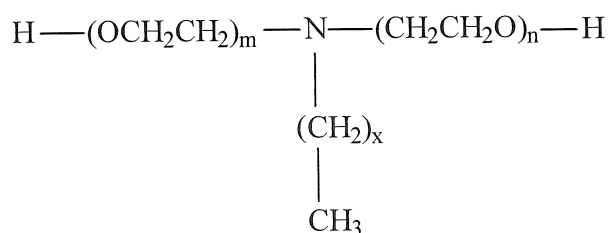
Các khối polyete được tạo thành từ các đơn vị alkylen oxit.

Các khối polyete có thể đáng chú ý là các khối PEG (polyetylen glycol), tức là được tạo thành từ các đơn vị etylen oxit, và/hoặc các khối PPG (propylen glycol), tức là được tạo thành từ các đơn vị propylen oxit và/hoặc các khối PO3G (polytrimetylen glycol), tức là được tạo thành từ các đơn vị polytrimetylen ete glycol và/hoặc các khối PTMG, tức là được tạo thành từ các đơn vị của tetrametylen glycol còn được gọi là

polytetrahydrofuran. PEBA copolyme có thể bao gồm một vài loại polyete trên mạch của chúng, copolyete này có thể ở dạng khối hoặc dạng thống kê.

Cũng có thể sử dụng các khối thu được bằng cách oxyetyl hóa các bisphenol, chẳng hạn như, bisphenol A. Sản phẩm bisphenol được mô tả đặc biệt trong Patent EP 613 919.

Các khối polyete cũng có thể được tạo thành từ các amin bậc một được etoxyl hóa. Ví dụ về amin bậc một được etoxyl hóa, có thể được kể đến là các sản phẩm có công thức:



trong đó m và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 20, và x là số nguyên nằm trong khoảng từ 8 đến 18. Các sản phẩm thường được bán trên thị trường dưới tên thương mại Noramox® từ công ty CECA và dưới tên thương mại Genamin® từ công ty Clariant.

Các khối polyete mềm dẻo có thể bao gồm các khối polyoxyalkylen mang nhóm NH₂ ở cuối mạch, các khối như vậy có thể thu được bằng cách xyanoaxetyl hóa các khối polyoxyalkylen béo đã được α,ω-dihydroxyl hóa được đề cập đến như là các polyetediol. Cụ thể hơn, các sản phẩm thương mại Jeffamine hoặc Elastamine có thể được sử dụng (ví dụ, Jeffamine® D400, D2000, ED 2003 XTJ 542, mà là các sản phẩm thương mại từ công ty Huntsman, cũng được mô tả trong JP 2004/346274, JP 2004/352794 và EP 1482011).

Các polyete diol khối này được sử dụng ở dạng chưa được biến đổi và được đồng đa trùng ngưng với các polyamit khối chứa nhóm đầu carboxylic, hoặc chúng được amin hóa để được chuyển hóa thành polyetediamin và được trùng ngưng với các polyamit khối chứa nhóm đầu carboxylic. Phương pháp chung để điều chế trong hai bước các copolyme PEBA chứa các liên kết este giữa các khối PA và các khối PE là đã biết và được mô tả, ví dụ, trong FR 2846332. Phương pháp chung để điều chế các copolyme PEBA theo sáng chế chứa các liên kết amit giữa các khối PA và các khối

PE là đã biết và được mô tả, ví dụ, trong EP 1482011. Các polyete khối cũng có thể được trộn với các tiền chất polyamit và diaxit giới hạn chuỗi để điều chế các polyme chứa các polyamit khối và các khối polyete có các đơn vị được phân bố một cách ngẫu nhiên (quy trình một bước).

Không cần phải nói, tên PEBA trong bản mô tả sáng chế không chỉ đề cập đến các sản phẩm Pebax® được bán bởi Arkema, các sản phẩm Vestamid® được bán bởi Evonik® và các sản phẩm Grilamid® được bán bởi EMS, mà còn cả các sản phẩm PEBA loại Pelestat® được bán bởi Sanyo hoặc các PEBA khác từ các nhà cung cấp khác.

Trong khi các copolyme khối được mô tả trên đây nói chung bao gồm ít nhất một polyamit khối và ít nhất một khối polyete, sáng chế cũng bao trùm tất cả các pha trộn của các copolyme bao gồm hai, ba, bốn (hoặc thậm chí nhiều hơn) các khối khác nhau được chọn từ các khối được mô tả trong bản mô tả này, miễn là các khối này bao gồm ít nhất các polyamit khối và polyete.

Ví dụ, copolyme theo sáng chế có thể bao gồm copolyme được phân đoạn chứa các khối bao gồm ba loại khối khác nhau (hoặc copolyme “khối ba”), mà thu được từ sự trùng ngưng một vài trong số các khối được mô tả trên đây. Tốt hơn là copolyme khối ba này được chọn từ copolyeteeste amit và copolyete amit uretan.

Copolyme PEBA mà được đặc biệt ưu tiên trong ngữ cảnh của sáng chế là copolyme bao gồm khối từ trong số:

- PA 11 và PEG;
- PA 11 và PTMG;
- PA 12 và PEG;
- PA 12 và PTMG;
- PA 6.10 và PEG;
- PA 6.10 và PTMG;
- PA 6 và PEG;
- PA 6 và PTMG.

Bọt xốp thu được bằng quy trình theo sáng chế bao gồm PEBA copolyme như được mô tả trên đây: tốt hơn là, chỉ mỗi copolyme này được sử dụng. Tuy nhiên, có

thể sử dụng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai copolyme PEBA như được mô tả trên đây.

Khối lượng phân tử gam trung bình số của polyamit khối trong PEBA copolyme tốt hơn là từ 100 đến 20 000 g/mol, tốt hơn nữa là từ 200 đến 10 000 g/mol và còn tốt hơn nữa là từ 200 đến 1500 g/mol. Theo các phương án nhất định, khối lượng phân tử gam trung bình số của polyamit khối trong PEBA copolyme nằm trong khoảng từ 100 đến 200 g/mol, hoặc từ 200 đến 500 g/mol, hoặc từ 500 đến 1000 g/mol, hoặc từ 1000 đến 1500 g/mol, hoặc từ 1500 đến 2000 g/mol, hoặc từ 2000 đến 2500 g/mol, hoặc từ 2500 đến 3000 g/mol, hoặc từ 3000 đến 3500 g/mol, hoặc từ 3500 đến 4000 g/mol, hoặc từ 4000 đến 5000 g/mol, hoặc từ 5000 đến 6000 g/mol, hoặc từ 6000 đến 7000 g/mol, hoặc từ 7000 đến 8000 g/mol, hoặc từ 8000 đến 9000 g/mol, hoặc từ 9000 đến 10 000 g/mol, hoặc từ 10 000 đến 11 000 g/mol, hoặc từ 11 000 đến 12 000 g/mol, hoặc từ 12 000 đến 13 000 g/mol, hoặc từ 13 000 đến 14 000 g/mol, hoặc từ 14 000 đến 15 000 g/mol, hoặc từ 15 000 đến 16 000 g/mol, hoặc từ 16 000 đến 17 000 g/mol, hoặc từ 17 000 đến 18 000 g/mol, hoặc từ 18 000 đến 19 000 g/mol, hoặc từ 19 000 đến 20 000 g/mol.

Khối lượng phân tử gam trung bình số của polyete khối tốt hơn là từ 100 đến 6000 g/mol, tốt hơn nữa là từ 200 đến 3000 g/mol và còn tốt hơn nữa là từ 800 đến 2500 g/mol. Theo các phương án nhất định, khối lượng phân tử gam trung bình số của polyete khối nằm trong khoảng từ 100 đến 200 g/mol, hoặc từ 200 đến 500 g/mol, hoặc từ 500 đến 800 g/mol, hoặc từ 800 đến 1000 g/mol, hoặc từ 1000 đến 1500 g/mol, hoặc từ 1500 đến 2000 g/mol, hoặc từ 2000 đến 2500 g/mol, hoặc từ 2500 đến 3000 g/mol, hoặc từ 3000 đến 3500 g/mol, hoặc từ 3500 đến 4000 g/mol, hoặc từ 4000 đến 4500 g/mol, hoặc từ 4500 đến 5000 g/mol, hoặc từ 5000 đến 5500 g/mol, hoặc từ 5500 đến 6000 g/mol.

Khối lượng phân tử gam trung bình số được đưa ra theo hàm lượng của chất giới hạn độ dài mạch. Nó có thể được tính toán theo phương trình:

$$M_n = n_{\text{monome}} \times MW_{\text{đơn vị lặp lại}} / n_{\text{chất giới hạn độ dài mạch}} + MW_{\text{chất giới hạn độ dài mạch}}$$

Trong công thức này, n_{monome} là số lượng phân tử gam của monome, $n_{\text{chất giới hạn}}$ độ dài mạch là số lượng phân tử gam của chất giới hạn (ví dụ diaxit) vượt quá, $MW_{\text{đơn vị lặp lại}}$ là khối lượng phân tử gam của đơn vị lặp lại, và $MW_{\text{chất giới hạn độ dài mạch}}$ là khối lượng phân tử gam của chất giới hạn (ví dụ diaxit) vượt quá.

Khối lượng phân tử gam trung bình số của polyamit khối và của polyete khối có thể được đo trước khi copolyme hóa khối bằng sắc ký thẩm gel (gel permeation chromatography-GPC).

Có lợi nếu, tỷ lệ khối lượng của polyamit khối so với polyete khối của copolyme nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10, tốt hơn là từ 0,3 đến 3, còn tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 0,9. Cụ thể, tỷ lệ khối lượng của polyamit khối so với polyete khối của copolyme có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,2, hoặc từ 0,2 đến 0,3, hoặc từ 0,3 đến 0,4, hoặc từ 0,4 đến 0,5, hoặc từ 0,5 đến 0,6, hoặc từ 0,6 đến 0,7, hoặc từ 0,7 đến 0,8, hoặc từ 0,8 đến 0,9, hoặc từ 0,9 đến 1, hoặc từ 1 đến 1,5, hoặc từ 1,5 đến 2, hoặc từ 2 đến 2,5, hoặc từ 2,5 đến 3, hoặc từ 3 đến 3,5, hoặc từ 3,5 đến 4, hoặc từ 4 đến 4,5, hoặc từ 4,5 đến 5, hoặc từ 5 đến 5,5, hoặc từ 5,5 đến 6, hoặc từ 6 đến 6,5, hoặc từ 6,5 đến 7, hoặc từ 7 đến 7,5, hoặc từ 7,5 đến 8, hoặc từ 8 đến 8,5, hoặc từ 8,5 đến 9, hoặc từ 9 đến 9,5, hoặc từ 9,5 đến 10.

Tốt hơn nếu, copolyme được sử dụng trong sáng chế có độ cứng tức thời nhỏ hơn hoặc bằng 40 Shore D, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 35 Shore D. Việc đo độ cứng có thể được tiến hành theo tiêu chuẩn ISO 868.

Copolyme được sử dụng trong sáng chế có hệ số khuếch tán nhiệt α và nhiệt độ kết tinh hóa T_c .

Hệ số khuếch tán nhiệt có thể được đo bằng phương pháp nguồn mặt phẳng thoáng qua (transient plane heat source method) theo tiêu chuẩn ISO 22007 – 2: 2008, bằng cách sử dụng thiết bị Đĩa nóng (Hot Disk). Nhiệt độ kết tinh hóa có thể được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (Differential Scanning Calorimetry - DSC).

Việc đo bằng DSC có thể được thực hiện với các thông số sau:

- cân bằng ở -80°C ;
- đun nóng ở $20^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ lên đến 240°C ;
- làm mát ở $20^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ xuống đến -80°C ;

– đun nóng ở 20°C/phút lên đến 240°C.

Quy trình theo sáng chế bao gồm bước trộn copolyme như được mô tả trên đây, ở dạng nóng chảy, với chất tạo khí.

Chất tạo khí có thể là tác nhân hóa học hoặc vật lý. Tốt hơn là, chất này là tác nhân vật lý như ví dụ, dinitơ hoặc cacbon dioxit, hoặc hydrocacbon, cloflocacbon, hydroclocacbon, hydroflocacbon, hoặc hydroclocflocacbon (bão hòa hoặc không bão hòa). Ví dụ, butan hoặc pentan có thể được sử dụng.

Chất tạo khí lý học được trộn với copolyme ở dạng lỏng hoặc siêu tới hạn và tiếp theo, chuyển hóa thành pha khí ở bước tạo bọt.

Tốt hơn là, chất tạo khí có mặt trong hỗn hợp này với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 5%, tốt hơn là từ 0,2% đến 2%, còn tốt hơn nữa là từ 0,2% đến 1%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và copolyme chứa polyamit khối và polyete khối. Đáng chú ý, chất tạo khí có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 0,2%, hoặc từ 0,2% đến 0,3%, hoặc từ 0,3% đến 0,4%, hoặc từ 0,4% đến 0,5%, hoặc từ 0,5% đến 0,6%, hoặc từ 0,6% đến 0,7%, hoặc từ 0,7% đến 0,8%, hoặc từ 0,8% đến 0,9%, hoặc từ 0,9% đến 1%, hoặc từ 1% đến 1,5%, hoặc từ 1,5% đến 2%, hoặc từ 2% đến 2,5%, hoặc từ 2,5% đến 3%, hoặc từ 3% đến 3,5%, hoặc từ 3,5% đến 4%, hoặc từ 4% đến 4,5%, hoặc từ 4,5% đến 5%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và của copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.

Copolyme chứa polyamit khối và polyete khối có thể được kết hợp với một vài chất phụ gia, ví dụ copolyme của etylen và vinyl axetat hoặc EVA (ví dụ, các chất được Arkema bán dưới nhãn hiệu Evatane®), hoặc copolyme của etylen và của acrylat, hoặc copolyme của etylen và của alkyl (meth)acrylat, ví dụ các chất được Arkema bán dưới nhãn hiệu Lotryl®. Các chất phụ gia này làm cho nó có thể điều chỉnh độ cứng của phần được tạo bọt, hình thức của nó và sự tiện lợi của nó. Các chất phụ gia có thể được bổ sung với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% khối lượng, tốt hơn là từ 5% đến 30% khối lượng, tính theo copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.

Quy trình theo sáng chế còn bao gồm bước cung cấp khuôn ở nhiệt độ T_m . Theo các phương án nhất định, T_m nằm trong khoảng từ 10 đến 100°C, tốt hơn là từ 20°C đến 80°C. Cụ thể, nhiệt độ T_m của khuôn có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 20°C,

hoặc từ 20 đến 30°C, hoặc từ 30 đến 40°C, hoặc từ 40 đến 50°C, hoặc từ 50 đến 60°C, hoặc từ 60 đến 70°C, hoặc từ 70 đến 80°C, hoặc từ 80 đến 90°C, hoặc từ 90 đến 100°C.

Khuôn này là khuôn mà thích hợp để thực hiện quy trình đúc phun bằng cách sử dụng kỹ thuật mở khuôn (việc tạo bột xảy ra bằng cách mở khuôn) hoặc kỹ thuật “rút lõi” (core-back) (việc tạo bột xảy ra bằng cách rút lõi bên trong khuôn). Nó có thể có hình dạng có thể bất kỳ tốt hơn là có hình dạng hỗn tạp. Nó có độ dày h . Thuật ngữ độ dày của khuôn có nghĩa là độ dày trung bình của khoang khuôn khi nó ở vị trí đóng. Độ dày là kích thước khuôn mà song song với hướng mở khuôn.

Quy trình theo sáng chế bao gồm bước bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí (và tùy ý chất phụ gia) vào khuôn đóng. Trong quá trình bơm, khuôn ở nhiệt độ T_m .

Hỗn hợp này bao gồm copolyme được bơm vào khuôn ở nhiệt độ T_p . Theo sáng chế, nhiệt độ của hỗn hợp so sánh được với nhiệt độ của copolyme (hai nhiệt độ này giống nhau). Nhiệt độ T_p có thể có trị số nằm trong khoảng từ 170°C đến 300°C, tốt hơn là từ 180°C đến 250°C. Theo các phương án nhất định, nhiệt độ T_p nằm trong khoảng từ 170 đến 180°C, hoặc từ 180 đến 190°C, hoặc từ 190 đến 200°C, hoặc từ 200 đến 210°C, hoặc từ 210 đến 220°C, hoặc từ 220 đến 230°C, hoặc từ 230 đến 240°C, hoặc từ 240 đến 250°C, hoặc từ 250 đến 260°C, hoặc từ 260 đến 270°C, hoặc từ 270 đến 280°C, hoặc từ 280 đến 290°C, hoặc từ 290 đến 300°C.

Quy trình theo sáng chế còn bao gồm bước tạo bột hỗn hợp này, nó được tiến hành bằng cách mở khuôn. Trong quá trình mở khuôn, tốt hơn là ở khoảng cách nhất định (nghĩa là, khuôn được mở đến độ dài nhất định), áp suất được duy trì trong khuôn khi nó đóng giảm xuống, mà nó dẫn đến việc tạo bột của hỗn hợp.

Tốt hơn nếu, khuôn được mở đến độ dài nằm trong khoảng từ 1 đến 5 mm, hoặc từ 5 đến 10 mm, hoặc từ 10 đến 15 mm, hoặc từ 15 đến 20 mm, hoặc từ 20 đến 25 mm, hoặc từ 25 đến 30 mm. Việc mở đến độ dài nằm trong khoảng từ 1 đến 30 mm hoặc từ 2 đến 15 mm là đặc biệt được ưu tiên.

Theo sáng chế, thời gian duy trì, nghĩa là, thời gian giữa thời điểm bơm hỗn hợp (chính xác hơn là kết thúc việc bơm) vào khuôn và mở khuôn (chính xác hơn là bắt đầu việc mở) nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 25\%)$ đến $(t_{opt} + 25\%)$,

t_{opt} được biểu thị theo giây và thu được theo phương trình (I):

$$t_{opt} = -\frac{1}{\pi^2} \frac{h^2}{a} \ln \left(\frac{\pi}{4} \frac{T_m - T_c}{T_m - T_p} \right) \quad (I),$$

trong đó a được biểu thị theo m^2/s , h được biểu thị theo m và T_m , T_c và T_p được biểu thị theo $^{\circ}C$.

Theo các phương án nhất định, thời gian duy trì nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 25\%)$ đến $(t_{opt} - 22\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 22\%)$ đến $(t_{opt} - 20\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 20\%)$ đến $(t_{opt} - 17\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 17\%)$ đến $(t_{opt} - 15\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 15\%)$ đến $(t_{opt} - 12\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 12\%)$ đến $(t_{opt} - 10\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 10\%)$ đến $(t_{opt} - 7\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 7\%)$ đến $(t_{opt} - 5\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 5\%)$ đến $(t_{opt} - 2\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 2\%)$ đến $(t_{opt} - 1\%)$, hoặc từ $(t_{opt} - 1\%)$ đến t_{opt} giây, hoặc từ t_{opt} s đến $(t_{opt} + 1\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 1\%)$ đến $(t_{opt} + 2\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 2\%)$ đến $(t_{opt} + 5\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 5\%)$ đến $(t_{opt} + 7\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 7\%)$ đến $(t_{opt} + 10\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 10\%)$ đến $(t_{opt} + 12\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 12\%)$ đến $(t_{opt} + 15\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 15\%)$ đến $(t_{opt} + 17\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 17\%)$ đến $(t_{opt} + 20\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 20\%)$ đến $(t_{opt} + 22\%)$, hoặc từ $(t_{opt} + 22\%)$ đến $(t_{opt} + 25\%)$. Thời gian duy trì được đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 20\%)$ đến $(t_{opt} + 20\%)$. Theo các phương án nhất định, thời gian duy trì có thể xấp xỉ t_{opt} .

Có lợi nếu, áp suất được đặt lên khuôn đóng, trong thời gian duy trì, ví dụ là áp suất nằm trong khoảng từ 100 đến 150 MPa, hoặc từ 150 đến 200 MPa, hoặc từ 200 đến 250 MPa, hoặc từ 250 đến 300 MPa. Khoảng được ưu tiên nằm trong khoảng từ 100 đến 300 MPa, hoặc từ 150 đến 250 MPa.

Tốt hơn nếu, quy trình theo sáng chế bao gồm bước làm nguội khuôn, ví dụ ở môi trường xung quanh, ví dụ đến nhiệt độ trong phòng. Quy trình có thể còn bao gồm bước tháo bột xộp ra khỏi khuôn, tốt hơn là sau khi bột xộp đã được làm nguội, ví dụ đến nhiệt độ trong phòng.

Tốt hơn nếu, quy trình theo sáng chế không bao gồm bước tạo liên kết ngang và bột xộp được tạo ra không được tạo liên kết ngang.

Bột xộp được tạo ra theo sáng chế tốt hơn là có mật độ nhỏ hơn hoặc bằng 600 kg/m^3 , tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 500 kg/m^3 , còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 400 kg/m^3 và đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 300 kg/m^3 . Ví dụ, mật độ

của bột xốp có thể nằm trong khoảng từ 50 đến 600 kg/m³, hoặc từ 100 đến 400 kg/m³, và đặc biệt tốt hơn là từ 150 đến 300 kg/m³.

Tốt hơn nếu, bột xốp này có độ đàn hồi hồi phục, theo tiêu chuẩn ISO 8307, là bằng hoặc lớn hơn 55%.

Tốt hơn nếu, bột xốp này có mức độ biến dạng dư khi nén, theo tiêu chuẩn ISO 7214, là nhỏ hơn hoặc bằng 10%, và đặc biệt tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 8%.

Tốt hơn nếu, bột xốp này còn có các đặc tính mỹ mãn về độ bền mài và độ thấm ướt.

Bột xốp theo sáng chế có thể được sử dụng để sản xuất thiết bị thể thao như đế giày thể thao, đế giày trượt tuyết, đế giữa, đế trong, hoặc các thành phần chức năng của đế, ở dạng lồng vào các phần khác nhau của đế (gót hoặc vòm, chẳng hạn), hoặc các thành phần của phần trên của giày ở dạng gia cường hoặc lồng trong cấu trúc của phần trên của giày, ở dạng các chi tiết bảo vệ.

Nó có thể còn được sử dụng để sản xuất bóng có thể bơm phồng, găng tay thể thao (ví dụ, găng tay đá bóng), thành phần bóng gôn, vợt, các bộ phận bảo vệ (áo khoác, các chi tiết bên trong mũ bảo hiểm, vỏ, v.v.).

Bột xốp được tạo ra theo sáng chế có thể có độ bền va đập, tính chống rung và tính chống ồn, được kết hợp với các đặc tính xúc giác thích hợp làm tư liệu sản xuất. Do đó, nó có thể còn được sử dụng để sản xuất đế đường ray tàu hỏa, hoặc một vài chi tiết trong công nghiệp xe máy, trong các thiết bị giao thông, điện và điện tử, trong xây dựng hoặc trong công nghiệp chế tạo.

Đối tượng bột xốp theo sáng chế có thể dễ dàng được tái chế, ví dụ, bằng cách làm chảy chúng trong máy đùn được trang bị đầu ra khử khí (tùy ý sau khi chặt chúng thành các mảnh).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ dưới đây minh họa sáng chế mà không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1

Bọt xốp được tạo thành từ PEBA copolyme được sản xuất bằng cách sử dụng thiết bị ép phun Arburg Allrounder 270C, với hệ thống bơm chất tạo khí lý học loại Trexel đời II. Các thông số vận hành là như sau:

- Nhiệt độ vỏ bọc: từ 50 đến 230°C (từ phễu nạp đến vòi phun); nhiệt độ của hỗn hợp được bơm có thể tương tự với nhiệt độ vỏ bọc ở vòi phun;
- Tốc độ phun: 80 cm³;
- Thời gian duy trì trước khi mở khuôn: 10, 20, 30, 35, 40, 45 hoặc 50 giây;
- Áp suất duy trì: 150 MPa;
- Thời gian làm nguội: 100 giây;
- Nhiệt độ khuôn: 60°C;
- Độ dài mở khuôn: 12 mm;
- Tốc độ mở khuôn: 20 mm/s;
- Độ dày khuôn: 3 mm.

Chất tạo bọt được sử dụng là dinitơ, được đưa vào với tỷ lệ 0,6% khối lượng.

PEBA là copolyme chứa PA11 khối và PTMG khối, với mật độ là 1,02 g/cm³, có điểm chảy là 135°C và độ cứng là 32 Shore D. Nhiệt độ kết tinh hóa của nó là 63°C và hệ số của khuếch tán nhiệt là $1,22 \times 10^{-7}$ m²/s.

Thông số t_{opt} tính được theo công thức (I) là 32 giây.

Các kết quả được thể hiện trên các hình vẽ từ Fig.1A đến Fig.1G.

Quan sát thấy rằng khi áp dụng thời gian duy trì là 10 hoặc 20 giây, sẽ thu được bọt xốp với lõi rỗng: do đó, bọt xốp này không đạt yêu cầu. Khi thời gian duy trì là 50 giây, độ giãn nở của bọt xốp là không đồng nhất.

Trái lại, với thời gian duy trì là 35 giây, quan sát thấy rằng bọt xốp thu được có độ dày đồng nhất và không có lõi rỗng.

Ví dụ 2

Bọt xốp được tạo thành từ PEBA copolyme được chỉ định là A hoặc từ PEBA copolyme được chỉ định là B được sản xuất bằng cách sử dụng thiết bị ép phun Arburg Allrounder 270C, với hệ thống bơm chất tạo khí lý học loại Trexel đời II. Các thông số vận hành là như sau:

- nhiệt độ vỏ bọc (mà có thể giống với nhiệt độ của được bơm hỗn hợp): thông số cải biến được;
- Tốc độ phun: 112 cm³;
- Thời gian duy trì trước khi mở khuôn: thông số cải biến được;
- Thời gian làm nguội: 120 đến 180 giây;
- Nhiệt độ khuôn: thông số cải biến được;
- Độ dài mở khuôn: lên đến 12 mm;
- Tốc độ mở khuôn: 50 mm/s;
- Tổng thời gian chu kỳ: 145 đến 220 giây.

Chất tạo bọt được sử dụng là dinitơ, được đưa vào với tỷ lệ 0,6% khối lượng.

PEBA A là copolyme chứa PA11 khối và PTMG khối, với mật độ là 1,02 g/cm³, có điểm chảy là 135°C và độ cứng là 32 Shore D. Nhiệt độ kết tinh hóa của nó là 63°C và hệ số của khuếch tán nhiệt là $1,23 \times 10^{-7}$ m²/s.

PEBA B là copolyme chứa PA11 khối và PTMG khối, với mật độ là 1,03 g/cm³, có điểm chảy là 148°C và độ cứng là 39 Shore D. Nhiệt độ kết tinh hóa của nó là 90°C và hệ số của khuếch tán nhiệt là $1,22 \times 10^{-7}$ m²/s.

Các thông số của quy trình sản xuất được sử dụng được tổng kết trong bảng sau:

Quy trình số	PEBA	Nhiệt độ khuôn (°C)	Nhiệt độ PEBA (°C)	Độ dày khuôn (mm)
1	A	35	210	3
2	A	60	210	3
3	A	50	210	5
4	B	60	240	3

Các kết quả được tóm tắt trong bảng dưới đây:

Bọt xốp số	Quy trình được sử dụng	t_{opt} (s) thu được theo công thức (I)	Thời gian duy trì áp dụng	Mô tả bọt xốp
1A	1	15	17; 18	Phần đồng nhất với mật độ là $0,2 \text{ g/cm}^3$
1B	1	15	10	Phần rỗng
1C	1	15	30	Phần không giãn nở đủ, nghĩa là, với mật độ là $0,7 \text{ g/cm}^3$
2A	2	31	24; 25; 26; 27; 28	Phần đồng nhất với mật độ là $0,2 \text{ g/cm}^3$
2B	2	31	10	Phần rỗng
2C	2	31	40	Phần không giãn nở đủ, nghĩa là, với mật độ là $0,8 \text{ g/cm}^3$
3A	3	57	55	Phần đồng nhất của mật độ = $0,2 \text{ g/cm}^3$
3B	3	57	25	Phần rỗng
3C	3	57	90	Phần không giãn nở đủ, nghĩa là, với mật độ là $0,8 \text{ g/cm}^3$
4A	4	15	16; 17; 18	Phần đồng nhất của mật độ = $0,2 \text{ g/cm}^3$
4B	4	15	10	Phần rỗng
4C	4	15	30	Phần không giãn nở đủ, nghĩa là, với mật độ là $0,85 \text{ g/cm}^3$

Bọt xốp 1A, 2A, 3A và 4A được tạo ra bằng quy trình theo sáng chế. Bọt xốp 1B, 1C, 2B, 2C, 3B, 3C, 4B và 4C là các ví dụ đối chứng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất bột xốp copolyme chứa polyamit khối và polyete khối, bao gồm các bước sau:
 - trộn copolyme nóng chảy với chất tạo khí, copolyme này có hệ số khuếch tán nhiệt a và nhiệt độ kết tinh hóa T_c ;
 - cung cấp khuôn có độ dày h ở nhiệt độ T_m ;
 - bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí ở nhiệt độ T_p , vào khuôn đóng;
 - tạo bột hỗn hợp bằng cách mở khuôn;

trong đó thời gian duy trì giữa thời điểm bơm hỗn hợp gồm copolyme và chất tạo khí vào khuôn đóng đến lúc mở khuôn nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 25\%)$ đến $(t_{opt} + 25\%)$,

t_{opt} được biểu thị theo giây và thu được theo phương trình (I):

$$t_{opt} = -\frac{1}{\pi^2} \frac{h^2}{a} \ln \left(\frac{\pi}{4} \frac{T_m - T_c}{T_m - T_p} \right) \quad (I)$$

trong đó a được biểu thị theo m^2/s , h được biểu thị theo m và T_m , T_c và T_p được biểu thị theo $^{\circ}C$.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó thời gian duy trì nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 20\%)$ đến $(t_{opt} + 20\%)$.
3. Quy trình theo điểm 2, trong đó thời gian duy trì nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 15\%)$ đến $(t_{opt} + 15\%)$.
4. Quy trình theo điểm 3, trong đó thời gian duy trì nằm trong khoảng từ $(t_{opt} - 10\%)$ đến $(t_{opt} + 10\%)$.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất tạo khí là chất tạo khí lý học.
6. Quy trình theo điểm 5, trong đó chất tạo khí được chọn từ dinitơ, cacbon dioxit, hydrocacbon, cloflocacbon, hydroclocacbon, hydroflocacbon và hydroclocflocacbon.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất tạo khí có mặt trong hỗn hợp này với lượng nằm trong khoảng từ 0,1%

đến 5%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và của copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.

8. Quy trình theo điểm 7, trong đó chất tạo khí có mặt trong hỗn hợp này với lượng nằm trong khoảng từ 0,2% đến 2%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và của copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.
9. Quy trình theo điểm 8, trong đó chất tạo khí có mặt trong hỗn hợp này với lượng nằm trong khoảng từ 0,2% đến 1%, tính theo tổng khối lượng của chất tạo khí và của copolyme chứa polyamit khối và polyete khối.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó polyamit khối là khối polyamit 6, polyamit 11, polyamit 12, polyamit 5.4, polyamit 5.9, polyamit 5.10, polyamit 5.12, polyamit 5.13, polyamit 5.14, polyamit 5.16, polyamit 5.18, polyamit 5.36, polyamit 6.4, polyamit 6.9, polyamit 6.10, polyamit 6.12, polyamit 6.13, polyamit 6.14, polyamit 6.16, polyamit 6.18, polyamit 6.36, polyamit 10.4, polyamit 10.9, polyamit 10.10, polyamit 10.12, polyamit 10.13, polyamit 10.14, polyamit 10.16, polyamit 10.18, polyamit 10.36, polyamit 10.T, polyamit 12.4, polyamit 12.9, polyamit 12.10, polyamit 12.12, polyamit 12.13, polyamit 12.14, polyamit 12.16, polyamit 12.18, polyamit 12.36, polyamit 12.T hoặc hỗn hợp của chúng, hoặc copolyme của chúng.
11. Quy trình theo điểm 10, trong đó polyamit khối là khối polyamit 11, polyamit 12, polyamit 6 hoặc polyamit 6.10.
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó polyete khối là khối polyetylen glycol, propylen glycol, polytrimetylen glycol, polytetrahydrofuran, hoặc hỗn hợp của chúng, hoặc copolyme của chúng.
13. Quy trình theo điểm 12, trong đó polyete khối là khối polyetylen glycol hoặc polytetrahydrofuran.
14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó:

- polyamit khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 100 đến 20 000 g/mol; và/hoặc
 - polyete khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 100 đến 6000 g/mol.
15. Quy trình theo điểm 14, trong đó: polyamit khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 200 đến 10 000 g/mol.
 16. Quy trình theo điểm 15, trong đó: polyamit khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 200 đến 1500 g/mol.
 17. Quy trình theo điểm 14, trong đó polyete khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 200 đến 3000 g/mol.
 18. Quy trình theo điểm 17, trong đó polyete khối của copolyme có khối lượng phân tử gam trung bình số nằm trong khoảng từ 800 đến 2500 g/mol.
 19. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó tỷ lệ khối lượng của polyamit khối tính theo polyete khối của copolyme nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10.
 20. Quy trình theo điểm 19, trong đó tỷ lệ khối lượng của polyamit khối tính theo polyete khối của copolyme nằm trong khoảng từ 0,3 đến 3.
 21. Quy trình theo điểm 20, trong đó tỷ lệ khối lượng của polyamit khối tính theo polyete khối của copolyme nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,9.
 22. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, bao gồm bước trộn copolyme nóng chảy với chất tạo khí và với một hoặc nhiều chất phụ gia.
 23. Quy trình theo điểm 22, trong đó một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ copolyme của etylen và vinyl axetat, copolyme của etylen và acrylat, và copolyme của etylen và alkyl (meth)acrylat.

24. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó nhiệt độ T_p nằm trong khoảng từ 170°C đến 300°C.
25. Quy trình theo điểm 24, trong đó nhiệt độ T_p nằm trong khoảng từ 180°C đến 250°C.
26. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó nhiệt độ T_m nằm trong khoảng từ 10°C đến 100°C.
27. Quy trình theo điểm 26, trong đó nhiệt độ T_m nằm trong khoảng từ 20°C đến 80°C.
28. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó khuôn được mở đến độ dài nằm trong khoảng từ 1 đến 30 mm.
29. Quy trình theo điểm 28, trong đó khuôn được mở đến độ dài nằm trong khoảng từ 2 đến 15 mm.
30. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó áp suất được đặt lên khuôn trong thời gian duy trì nằm trong khoảng từ 100 đến 300 MPa.
31. Quy trình theo điểm 30, trong đó áp suất được đặt lên khuôn trong thời gian duy trì nằm trong khoảng từ 150 đến 250 MPa.
32. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó bột xốp có mật độ nhỏ hơn hoặc bằng 600 kg/m³.
33. Quy trình theo điểm 32, trong đó bột xốp có mật độ nhỏ hơn hoặc bằng 400 kg/m³.
34. Quy trình theo điểm 33, trong đó bột xốp có mật độ nhỏ hơn hoặc bằng 300 kg/m³.

1/1

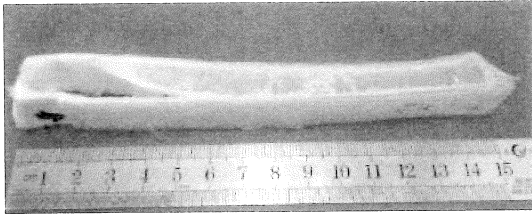


FIG. 1A

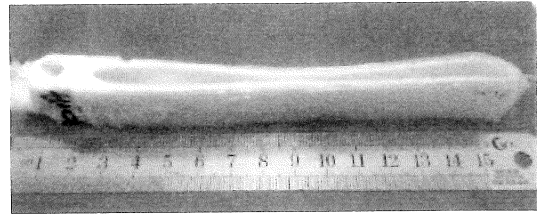


FIG. 1B

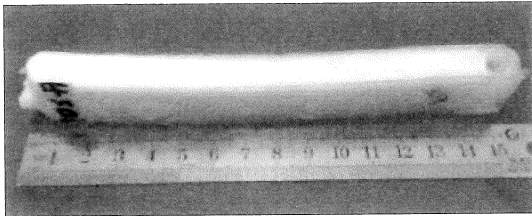


FIG. 1C

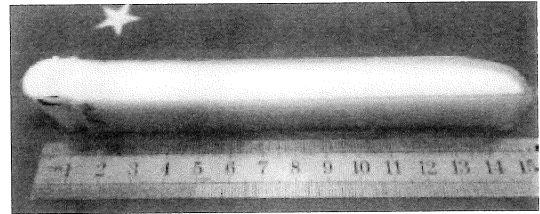


FIG. 1D

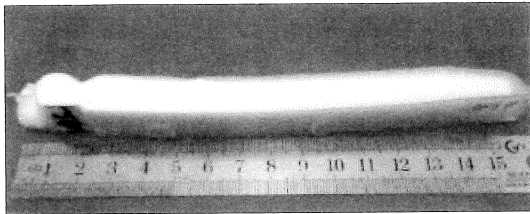


FIG. 1E

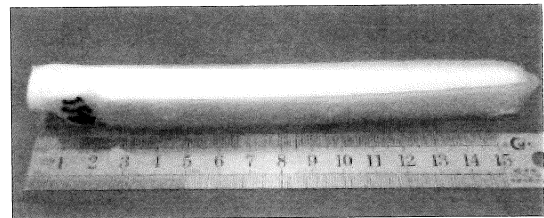


FIG. 1F

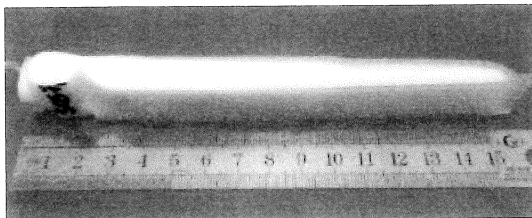


FIG. 1G