



(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)



1-0051262

(51)^{2022.01} C08K 5/103; C08L 75/04

(13) B

(21) 1-2023-03910

(22) 14/10/2021

(86) PCT/JP2021/037987 14/10/2021

(87) WO 2022/130761 23/06/2022

(30) 2020-207419 15/12/2020 JP

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/06/2024 435

(73) DIC Corporation (JP)

35-58, Sakashita 3-chome, Itabashi-ku, Tokyo 1748520, Japan

(72) NOGUCHI Kanako (JP); NOGUCHI Takafumi (JP); TOKORO Hiroki (JP).

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

(54) CHẾ PHẨM DẺO HÓA, CHẾ PHẨM NHỰA POLYURETAN DẺO NHIỆT BAO GỒM CHẾ PHẨM DẺO HÓA NÀY, VÀ VẬT ĐÚC CỦA CHẾ PHẨM NHỰA POLYURETAN DẺO NHIỆT NÀY

(21) 1-2023-03910

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm dẻo hóa mà không gây ra sự nhuộm màu của vật đúc thu được và có đặc tính chất dẻo hóa tuyệt vời. Một cách cụ thể, chế phẩm dẻo hóa bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, với điều kiện là tỷ lệ khối lượng của dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic nằm trong khoảng sau đây:

dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 50:50 đến 80:20.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dẻo hóa, chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt bao gồm chế phẩm dẻo hóa này, và vật đúc được tạo thành từ chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đối với nhựa polyuretan dẻo nhiệt (TPU), chất dẻo hóa thường được bổ sung vào đó để tạo điều kiện thuận lợi cho việc đúc khuôn. Việc bổ sung chất dẻo hóa làm giảm nhiệt độ xử lý tại thời điểm đúc khuôn, và có thể truyền các đặc tính khác nhau, như độ mềm dẻo, cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Đối với polyuretan dẻo nhiệt được sử dụng cho đế của giày thể thao, độ mềm dẻo được đặc biệt yêu cầu, và gần đây, giày thể thao có giá trị về mặt sưu tầm, vì vậy, yêu cầu về vẻ bề ngoài thẩm mỹ cũng ngày càng tăng.

Để làm chất dẻo hóa được sử dụng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt, phthalat, phosphat, alkylsulfonat của phenol, benzoat, và các chất tương tự đã được biết đến (PTL 1 và 2).

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

PTL 1: JP2002-47410A

PTL2: JP2014-507514A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Mục đích cần đạt được bởi sáng chế là đề xuất chế phẩm dẻo hóa không gây nhuộm màu vật đúc thu được và còn có đặc tính dẻo hóa tuyệt vời.

Biện pháp giải quyết vấn đề

Đối với đặc tính cần cho chất dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt, không chỉ đặc tính dẻo hóa, mà cả khả năng tương thích với nhựa polyuretan dẻo nhiệt, tính chất không gây nhuộm màu vật đúc của nhựa polyuretan dẻo nhiệt thu được bằng cách sử dụng chất dẻo hóa, và hiệu quả cao về giá thành được yêu cầu.

Để làm chất dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt, dipropylenglycol dibenzoat (DPGDB), mà là benzoat, đóng vai trò chủ đạo, nên vật đúc của nhựa polyuretan dẻo nhiệt, mà thu được bằng cách sử dụng dipropylenglycol dibenzoat làm chất dẻo hóa, đôi khi thể hiện màu bị nhuộm màu vàng nhẹ. Ngoài ra, giá thành của dipropylenglycol, mà là nguyên liệu thô dùng cho dipropylenglycol dibenzoat, có xu hướng tăng do sự tăng nhu cầu đối với ứng dụng cho mỹ phẩm, do đó cũng gây ra mối quan tâm về giá thành.

Các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu kỹ lưỡng và, kết quả là, đã phát hiện ra rằng vấn đề nêu trên có thể được giải quyết bằng cách sử dụng chế phẩm dẻo hóa chứa dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic ở tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng cụ thể, nhờ đó hoàn thành sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm dẻo hóa bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, với điều kiện là tỷ lệ khối lượng của dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic nằm trong khoảng sau đây:

dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 50:50 đến 80:20.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Theo sáng chế, sáng chế đề xuất chế phẩm dẻo hóa không gây nhuộm màu vật đúc thu được và có đặc tính dẻo hóa tuyệt vời.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong phần sau đây, phương án của sáng chế sẽ được mô tả. Sáng chế không bị giới hạn ở phương án sau đây, và miễn là hiệu quả của sáng chế không bị làm suy yếu, sáng chế có thể được thực hiện một cách tự do có áp dụng các thay đổi đối với nó.

[Chế phẩm dẻo hóa]

Chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, với điều kiện là tỷ lệ khối lượng của dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic nằm trong khoảng sau đây:

dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 50:50 đến 80:20.

Vì chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế bao gồm 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic và dietylen glycol dibenzoat, trong trường hợp mà chế phẩm dẻo hóa được sử dụng cho nhựa uretan dẻo nhiệt, có thể ngăn ngừa vật đúc thu được không thể hiện màu bị nhuộm màu vàng.

Bất ngờ là, dietylen glycol, mà là nguyên liệu thô cho dietylen glycol dibenzoat là hợp chất rẻ hơn nhiều so với, ví dụ, dipropylen glycol, và do đó, chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế có hiệu quả tuyệt vời về giá thành.

Đối với chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế, tỷ lệ khối lượng của dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic nằm trong khoảng sau đây:

dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 50:50 đến 80:20,

tốt hơn là, dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 60:40 đến 80:20, và

tốt hơn nữa là, dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 65:35 đến 75:25.

Đối với chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế, cụm từ "bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic" nghĩa là chế phẩm dẻo hóa không chứa chất dẻo hóa bất kỳ khác ngoài dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic làm chất dẻo hóa. Cụ thể, chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế là chế phẩm mà là hỗn hợp của hai chất dẻo hóa, dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic.

Chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế tốt hơn là chất lỏng ở nhiệt độ trong phòng. Ở đây, "nhiệt độ trong phòng" nghĩa là 25°C, và "chất lỏng ở nhiệt độ trong phòng" nghĩa là được đặt dưới trạng thái thể hiện độ chảy ở nhiệt độ 25°C.

Chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách cho phản ứng dietylen glycol, propan-1,2-diol, và axit benzoic với nhau trong sự có mặt của chất xúc tác este hóa.

Ví dụ về chất xúc tác este hóa bao gồm chất xúc tác gốc titan như tetraisopropyl titanat hoặc tetrabutyl titanat, chất xúc tác gốc thiếc như dibutyl thiếc oxit, và chất xúc tác gốc axit sulfonic hữu cơ như axit p-toluen sulfonic.

Lượng chất xúc tác este hóa có thể được xác định một cách tự do tùy thuộc vào mỗi trường hợp, và nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,1 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô của phản ứng.

Bất ngờ là, trong quá trình este hóa, chất xúc tác este hóa không tuyệt đối cần thiết, và quá trình este hóa có thể được thực hiện mà không có chất xúc tác este hóa.

Nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng của phản ứng este hóa có thể được xác định một cách tự do tùy thuộc vào mỗi trường hợp, và ví dụ, điều kiện của khoảng nhiệt độ từ 100 đến 300°C trong từ 2 đến 25 giờ có thể được chấp nhận.

Bất ngờ là, trong phản ứng este hóa, dung môi có thể được sử dụng hoặc không được sử dụng. Trong trường hợp sử dụng dung môi cho phản ứng este hóa, dung môi không bị giới hạn một cách cụ thể miễn là dung môi không ức chế phản ứng este hóa, và dung môi thơm như toluen hoặc xylen, hoặc dung môi ete như tetrahydrofuran có thể được sử dụng. Lượng dung môi có thể được xác định một cách tự do tùy thuộc vào mỗi trường hợp.

Ngoài những gì nêu trên, chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế cũng có thể được sản xuất bằng cách trộn 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, mà có sẵn trên thị trường hoặc được điều chế một cách riêng rẽ, và dietylen glycol dibenzoat, mà có sẵn trên thị trường hoặc được điều chế một cách riêng rẽ, ở tỷ lệ khối lượng cụ thể.

Chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế có thể được sử dụng tốt hơn là làm chất dẻo hóa cho nhựa uretan dẻo nhiệt. Chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế không chỉ thể hiện hiệu quả dẻo hóa tuyệt vời, mà còn có đặc tính hầu như không kết tinh, và có đặc tính khó tham gia dưới dạng tinh thể ngay cả dưới nhiệt độ thấp.

Ngoài ra, chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế không gây nhuộm màu vật đúc thu

được, và có thể được sử dụng cho vật đúc được đặt ở nơi dễ thấy mà không có vấn đề bất kỳ.

[Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt]

Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế bao gồm chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế và nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Để làm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, các nhựa có sẵn trên thị trường hoặc nhựa được sản xuất theo phương pháp đã biết có thể được sử dụng.

Nhựa polyuretan dẻo nhiệt có thể được sản xuất, ví dụ, bằng cách cho phản ứng thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol với nhau.

Ví dụ về thành phần polyisoxyanat bao gồm diisoxyanat mạch thẳng hoặc mạch nhánh (không vòng) béo như 1,5-pentametylen diisoxyanat (PDI) hoặc 1,6-hexametylen diisoxyanat (HDI); diisoxyanat béo dạng vòng (diisoxyanat vòng béo) như 3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxyclohexyl isoxyanat (isophoron diisoxyanat; IPDI), 4,4'-2,4'- hoặc 2,2'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, hoặc 1,3- hoặc 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan; polyisoxyanat thơm như 2,4- hoặc 2,6-tolylen diisoxyanat, hoặc 4,4'-, 2,4'- hoặc 2,2'-diphenylmetan diisoxyanat; và diisoxyanat béo thơm như 1,3- hoặc 1,4-xylylen diisoxyanat.

Thành phần polyol có thể được phân loại thành, ví dụ, polyol phân tử lượng thấp có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 60 đến 400, và polyol phân tử lượng cao có khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 400 đến 10.000.

Ví dụ về polyol phân tử lượng thấp bao gồm diol mạch thẳng như 1,2-etandiol (etylen glycol), 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,5-pentandiol, hoặc 1,6-hexandiol, và diol mạch nhánh như 1,2-propandiol (propylen glycol), 1,2-butandiol, 1,3-butandiol, hoặc 2,2-dimetyl-1,3-propandiol (neopentyl glycol).

Ví dụ về polyol phân tử lượng cao bao gồm polyete polyol như polyetylen glycol, polypropylen glycol, copolyme polyoxyetylen•polyoxypropylen, hoặc polytetrametylen ete glycol; polyeste polyol như polycaprolacton diol; và polycacbonat diol.

Thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, mà được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan dẻo nhiệt, mỗi thành phần có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc tổ hợp của

hai hoặc nhiều loại.

Lượng chế phẩm dẻo hóa chứa trong chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt từ quan điểm về khả năng tương thích với nhựa polyuretan dẻo nhiệt và các yếu tố tương tự.

Mặc dù chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế bao gồm nhựa polyuretan dẻo nhiệt và chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế là đủ, chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế có thể bao gồm các chất phụ gia khác ngoài chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế.

Ví dụ về các chất phụ gia khác bao gồm chất làm chậm cháy, chất làm ổn định, chất trợ ổn định, chất tạo màu, chất trợ xử lý, chất độn, chất chống oxy hóa (chất chống lão hóa), chất hấp thụ tia cực tím, chất làm ổn định ánh sáng, chất làm trơn, chất giảm tĩnh điện, và chất trợ liên kết ngang.

Ví dụ về chất làm chậm cháy bao gồm hợp chất gốc vô cơ như nhôm hydroxit, antimon trioxit, magie hydroxit, hoặc kẽm borat; hợp chất gốc phospho như cresyldiphenyl phosphat, trischloroetyl phosphat, trischloropropyl phosphat, hoặc trisdichloropropyl phosphat; và hợp chất gốc halogen như parafin được clo hóa.

Trong trường hợp trộn chất làm chậm cháy vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất làm ổn định bao gồm hợp chất xà phòng kim loại như lithi stearat, magie stearat, magie laurat, canxi rixinoleat, canxi stearat, bari laurat, bari rixinoleat, bari stearat, kẽm octylat, kẽm laurat, kẽm rixinoleat, hoặc kẽm stearat; hợp chất thiếc hữu cơ như dimetyl thiếc bis-2-etylhexylthioglycolat, dibutyl thiếc maleat, dibutyl thiếc bisbutyl maleat, hoặc dibutyl thiếc dilaurat; hợp chất antimon mercaptit; và hợp chất chứa lantanoit như lantan oxit hoặc lantan hydroxit.

Trong trường hợp trộn chất làm ổn định vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất trợ ổn định bao gồm hợp chất phosphit như triphenylphosphit, monoocetyldiphenylphosphit, hoặc tridexylphosphit; hợp chất beta-diketon như axetylaxeton hoặc benzoylaxeton; hợp chất polyol như glyxerin, sorbitol, pentaerythritol, hoặc polyetylen glycol; hợp chất muối percloric như bari perclorat hoặc natri perclorat; hợp chất hydrotalxit; và zeolit.

Trong trường hợp trộn chất trợ ổn định vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất tạo màu bao gồm muội than, chì sulfua, cacbon trắng, trắng titan, litopon, đỏ oxit, antimon sulfua, vàng crôm, xanh crôm, xanh côban, và cam molybden.

Trong trường hợp trộn chất tạo màu vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 1 đến 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất trợ xử lý bao gồm parafin lỏng, sáp polyetylen, axit stearic, stearamit, etylenbis(stearamit), butylstearat, và canxi stearat.

Trong trường hợp trộn chất trợ xử lý vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất độn bao gồm oxit kim loại như canxi cacbonat, silic oxit, alumin, đất sét, bột talc, hoặc ferit; sợi hoặc bột thủy tinh, cacbon, kim loại hoặc loại tương tự; và bi thủy tinh, graphit, nhôm hydroxit, bari sulfat, magie oxit, magie cacbonat, magie silicat, và canxi silicat.

Trong trường hợp trộn chất độn vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 1 đến 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất chống oxy hóa bao gồm hợp chất phenol như 2,6-di-tert-butylphenol, tetrakis[metylen-3-(3,5-tert-butyl-4-hydroxyphenol) propionat] metan, hoặc 2-hydroxy-4-metoxybenzophenon, hợp chất lưu huỳnh như alkyldisulfua, thiodipropionat hoặc benzothiazol; hợp chất phospho như trisnonylphenyl phosphit,

diphenylisodexyl phosphit, triphenyl phosphit, hoặc tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphit; và hợp chất kim loại hữu cơ như kẽm dialkyldithiophosphat hoặc kẽm diaryldithiophosphat.

Trong trường hợp trộn chất chống oxy hóa vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,2 đến 20 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất hấp thụ tia cực tím bao gồm hợp chất salixylat như phenyl salixylat hoặc p-tert-butylphenyl salixylat; hợp chất benzophenon như 2-hydroxy-4-n-octoxybenzophenon hoặc 2-hydroxy-4-n-metoxymethylbenzophenon; hợp chất benzotriazol như 5-metyl-1H-benzotriazol hoặc 1-dioctylaminomethyl benzotriazol; và hợp chất xyanoacrylat.

Trong trường hợp trộn chất hấp thụ tia cực tím vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất làm ổn định ánh sáng bao gồm chất làm ổn định ánh sáng gốc amin không tự do. Ví dụ về các chất này bao gồm bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)sebacat; (hỗn hợp của) bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)sebacat và methyl 1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl sebacat, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl) [[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]methyl] butyl malonat; sản phẩm phản ứng của bis(2,2,6,6-tetrametyl-1(octyloxy)-4-piperidyl) este của axit decandioic và 1,1-dimethylethylhydroperoxit, và octan; hỗn hợp este của 4-benzoyloxy-2,2,6,6-tetrametyl piperidin, 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidinol, và axit béo bậc cao; sản phẩm đa trùng ngưng của tetrakis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butanetetracarboxylat, tetrakis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butanetetracarboxylat, dimethyl succinat, và 4-hydroxy-2,2,6,6-tetrametyl-1-piperidinetanol; sản phẩm đa trùng ngưng của poly{(6-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)amino-1,3,5-triazin-2,4-diyl) {(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)imino} hexametylen{(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)imino}}, dibutylamin-1,3,5-triazin•N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)-1,6-hexametylendiamin; và N-(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)butylamin; và N,N',N'',N'''-tetrakis-(4,6-bis-(butyl-(N-metyl-2,2,6,6-tetrametyl)piperidin-4-yl)amino)-triazin-2-yl)-4,7-diazadecan-1,10-

diamin.

Trong trường hợp trộn chất làm ổn định ánh sáng vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất làm trơn bao gồm silicon, parafin lỏng, sáp parafin, muối kim loại của axit béo như kim loại stearat hoặc kim loại laurat; amit của axit béo, amit axit béo, sáp axit béo, và sáp axit béo bậc cao.

Trong trường hợp trộn chất làm trơn vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất giảm tĩnh điện bao gồm chất giảm tĩnh điện anion như loại alkylsulfonat, loại axit alkyletecarboxylic hoặc loại dialkylsulfosuccinat; chất giảm tĩnh điện không ion như dẫn xuất polyetylglycol, dẫn xuất sorbitan, hoặc dẫn xuất dietanolamin; chất giảm tĩnh điện cation như muối amoni bậc bốn của loại alkylamit amin, loại alkyl dimethylbenzyl, hoặc các chất tương tự, hoặc muối axit hữu cơ hoặc muối axit clohydric của loại alkylpyridini; và chất giảm tĩnh điện lưỡng tính như loại alkylbetain hoặc loại alkylimidazolin.

Trong trường hợp trộn chất giảm tĩnh điện vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Ví dụ về chất trợ liên kết ngang bao gồm monome đa chức như tetraetylglycol dimetacrylat, divinylbenzen diallylphtalat, triallyl isoxyanat, trimetylolpropan triarylat, tetrametylolmetan tetrametacrylat, hoặc trimetoxyetoxyvinylsilan.

Trong trường hợp trộn chất trợ liên kết ngang vào chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt, lượng trộn nhìn chung nằm trong khoảng từ 0,5 đến 30 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp đã biết.

Ví dụ, chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế có thể được điều chế

bằng cách trộn nhựa polyuretan dẻo nhiệt, chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế, và thành phần tùy ý (các chất dẻo hóa khác và các chất phụ gia khác được mô tả trên đây) trong thiết bị trộn như máy pha trộn, máy trộn hành tinh hoặc máy trộn Banbury.

Vật đúc được tạo thành từ chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt có thể thu được bằng cách đúc khuôn chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo sáng chế bằng phương pháp đúc khuôn đã biết như đúc khuôn chân không, đúc khuôn ép, đúc khuôn ép đùn, đúc khuôn chalendar, đúc khuôn nén, đúc khuôn thổi, hoặc đúc khuôn bột.

Phương pháp thu được vật đúc được tạo thành từ chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt không bị giới hạn ở phương pháp trên đây. Vật đúc được tạo thành từ chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt có thể thu được ví dụ bằng cách đưa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, mà là các nguyên liệu thô cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt, và chế phẩm dẻo hóa theo sáng chế vào máy ép đùn, sao cho không chỉ bước nhào trộn nóng chảy mà cả phản ứng trùng hợp đều được thực hiện trong máy ép đùn, nhờ đó việc sản xuất nhựa polyuretan dẻo nhiệt và đúc khuôn nhựa polyuretan dẻo nhiệt được thực hiện đồng thời.

Vật đúc được tạo thành từ nhựa polyuretan dẻo nhiệt có thể được sử dụng cho băng tải, ống, ống mềm, vật liệu bọc dây điện, vật liệu bọc dây cáp, ống mềm chống cháy, vật liệu đóng gói, bộ giảm chấn, vật liệu dạng tấm, đệm không khí, da tổng hợp, đế, dây đeo đồng hồ, tay cầm máy ảnh, vỏ điện thoại thông minh, vỏ máy tính bảng, ống dùng trong y tế, ván trượt tuyết, vợt, và các thiết bị tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong phần sau đây, sáng chế được mô tả một cách cụ thể có tham chiếu đến các Ví dụ và Ví dụ so sánh. Bất ngờ là, sáng chế không bị giới hạn ở các Ví dụ sau đây.

Trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế, trị số axit là giá trị được đánh giá theo phương pháp sau đây.

<Phương pháp xác định trị số axit>

Phép xác định được thực hiện theo JIS K0070-1992.

(Ví dụ 1: Điều chế chế phẩm dẻo hóa)

Hai trăm tám mươi tám gam (2,72 mol) dietylen glycol, 158 g (2,08 mol) propan-

1,2-di-ol, 976 g (8,00 mol) axit benzoic, và 0,427 g tetraisopropyl titanat làm chất xúc tác este hóa được nạp vào bình bốn cổ có thể tích bên trong bằng 2 L và được trang bị nhiệt kế, máy khuấy, và bộ ngưng hồi lưu. Trong khi khuấy các hàm lượng dưới dòng khí nitơ, nhiệt độ của các hàm lượng được tăng từng bước cho đến 230°C, và tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ 230°C cho đến khi trị số axit của chất lỏng phản ứng đạt đến 4 hoặc ít hơn, trong khi nước tạo ra được loại bỏ liên tục. Sau phản ứng, glycol chưa phản ứng trong chất lỏng phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 230 đến 200°C dưới áp suất giảm, nhờ đó thu được chất dẻo hóa A.

Thành phần của chất dẻo hóa A thu được được xác định bằng sắc ký khí (sau đây được viết tắt là "GC"), sắc ký khí-đo khối phổ (sau đây được viết tắt là "GCMS"), và cộng hưởng từ hạt nhân (sau đây được viết tắt là "NMR"). Một cách cụ thể, chất dẻo hóa A thu được và sản phẩm thủy phân của chất dẻo hóa A được cho qua phép xác định GC, GCMS, và NMR trong các điều kiện tương ứng được mô tả dưới đây để xác định thành phần của chất dẻo hóa A.

Kết quả là, chất dẻo hóa A bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, và dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic (tỷ lệ khối lượng) bằng 70:30.

[Điều kiện xác định GC]

Thiết bị xác định: Sắc ký khí GC-2010 (được sản xuất bởi Shimadzu Corporation)

Bộ dò: FID

Cột: Cột mao dẫn DB-5 (0,25 mm × 30 m, 0,25 μm)

Nhiệt độ cột: 50°C → 300°C (tốc độ tăng nhiệt độ: 10°C/phút) → (giữ 5 phút)

Khí mang: heli

[Điều kiện xác định GC-MS]

Thiết bị xác định: Khối phổ kế sắc ký khí GCMS-QP2010Plus (được sản xuất bởi Shimadzu Corporation)

Cột: Cột mao dẫn ZB-5 (0,25 mm × 30 m, 0,25 μm)

Nhiệt độ cột: 50°C → 300°C (10°C/phút.) → (giữ 5 phút)

Khí mang: heli

[Điều kiện xác định NMR]

Thiết bị: ECA 500, được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Cách thức xác định: Khử ghép với cổng ngược

Dung môi: Cloroform được đơ-te-ri hóa

Góc xung: xung 30°

Nồng độ mẫu: 30% khối lượng

Số tích lũy: 2000

Chất dẻo hóa A thu được được đánh giá về các tính chất vật lý và đặc tính theo các phương pháp sau đây. Kết quả thu được được thể hiện trong Bảng 1.

(Đánh giá độ kết tinh)

Chất dẻo hóa thu được được hòa tan đồng đều ở nhiệt độ 80°C trong bình, và được bảo quản ở nhiệt độ -18°C trong thiết bị làm lạnh. Sau 1 ngày hoặc 7 ngày từ lúc bắt đầu bảo quản, phía bên trong bình được quan sát bằng mắt thường, và độ kết tinh của chất dẻo hóa được đánh giá theo các tiêu chuẩn sau.

Vết kết tinh không có mặt.: A

Vết kết tinh có mặt.: B

(Đánh giá đặc tính dẻo hóa)

Một trăm phần khối lượng nhựa polyuretan dẻo nhiệt (Pandex T-8180N, được sản xuất bởi DIC Covestro Polymer Ltd.), 20 phần khối lượng chất dẻo hóa thu được, và 0,5 phần khối lượng chất làm trơn (Licolub WE-4, được sản xuất bởi Clariant Chemicals Ltd.) được trộn, nhờ đó thu được chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A1).

Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A1) đã được điều chế được nhào trộn bằng máy nghiền trục kép được gia nhiệt ở nhiệt độ từ 140 đến 150°C trong 5 phút, và chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A1) đã được nhào trộn được đúc thành tấm có chiều dày 0,1 mm bằng cách sử dụng khuôn (khuôn có chiều dày 1,0 mm) có khả năng tạo ra vật đúc có chiều dày 1,0 mm và máy nén được gia nhiệt ở nhiệt độ từ 140 đến 150°C .

Tấm thu được được đánh giá về môđun 100% (ứng suất kéo ở độ giãn dài 100%), môđun 300% (ứng suất kéo ở độ giãn dài 300%), và tốc độ kéo giãn tại điểm đứt gãy theo JIS K7311-1995. Một cách cụ thể, tấm có chiều dày 1,0 mm được cho qua thử nghiệm kéo trong các điều kiện sau đây để đánh giá môđun 100%, môđun 300%, và tốc độ kéo giãn tại điểm đứt gãy.

Bất ngờ là, tốc độ kéo giãn tại điểm đứt gãy là giá trị được biểu thị dưới dạng phần trăm thu được bằng cách trừ khoảng cách ban đầu giữa các đường tham chiếu, cụ thể là 20 mm, khỏi khoảng cách giữa các đường tham chiếu tại điểm đứt gãy do kéo của tấm có chiều dày 1,0 mm, và chia giá trị thu được cho khoảng cách giữa các đường tham chiếu, cụ thể là 20 mm.

Thiết bị xác định: thiết bị thử nghiệm Tensilon Universal (do Orientec Co., Ltd. sản xuất)

Hình dạng mẫu: mẫu thử số 3 hình quả tạ

Khoảng cách giữa các đường tham chiếu: 20 mm

Khoảng cách giữa các kẹp: 60 mm

Tốc độ kéo: 200 mm/phút.

Môi trường xác định: Nhiệt độ 23°, Độ ẩm 50%

Quy trình giống như vậy được thực hiện như trong phần Đánh giá đặc tính dẻo hóa trên đây ngoại trừ việc thay đổi lượng bổ sung của chất dẻo hóa từ 20 phần khối lượng đến 40 phần khối lượng để đánh giá môđun 100%, môđun 300%, và tốc độ kéo giãn tại điểm đứt gãy.

Môđun 100% càng nhỏ hoặc môđun 300% càng nhỏ biểu thị hiệu quả dẻo hóa nhựa polyuretan dẻo nhiệt càng cao. Ngoài ra, tốc độ kéo giãn tại điểm đứt gãy càng cao biểu thị hiệu quả dẻo hóa nhựa polyuretan dẻo nhiệt càng cao.

(Đánh giá sự nhuộm màu)

Một trăm phần khối lượng nhựa polyuretan dẻo nhiệt (Leadthane 685AS, do Shanghai Lejoin Polymer Materials Co., Ltd. sản xuất) và 10 phần khối lượng chất dẻo hóa thu được được trộn, nhờ đó thu được chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A2). Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A2) thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 120°C trong

72 giờ, chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt (A2) sau khi gia nhiệt được quan sát bằng mắt thường đối với sự nhuộm màu, và có gây ra hiện tượng nhuộm màu hay không khi được so sánh với nhựa polyuretan dẻo nhiệt không bao gồm chất dẻo hóa được đánh giá theo các tiêu chuẩn sau.

Không có sự nhuộm màu.: A

Có sự nhuộm màu không đáng kể.: B

Có sự nhuộm màu.: C

(Ví dụ so sánh 1: Chất dẻo hóa Dipropylen Glycol Dibenzoat)

Năm trăm chín mươi gam (4,40 mol) dipropylen glycol, 976 g (8,00 mol) axit benzoic, và 0,470 g tetraisopropyl titanat làm chất xúc tác este hóa được nạp vào bình bốn cổ có thể tích bên trong bằng 2 L và được trang bị nhiệt kế, máy khuấy và bộ ngưng hồi lưu. Trong khi khuấy các hàm lượng dưới dòng khí nitơ, nhiệt độ của các hàm lượng được tăng từng bước cho đến 230°C, và tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ 230°C cho đến khi trị số axit của chất lỏng phản ứng đạt đến 4 hoặc ít hơn, trong khi nước tạo ra được loại bỏ liên tục. Sau phản ứng, glycol chưa phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 230 đến 200°C dưới áp suất giảm, nhờ đó thu được dipropylen glycol dibenzoat.

Ngoại trừ việc sử dụng dipropylen glycol dibenzoat làm chất dẻo hóa B' thay cho chất dẻo hóa A, việc đánh giá độ kết tinh, đánh giá đặc tính dẻo hóa, và đánh giá sự nhuộm màu được thực hiện theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

(Ví dụ so sánh 2: Chất dẻo hóa 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic)

Ba trăm sáu mươi lăm gam (4,80 mol) propan-1,2-diol, 976 g (8,00 mol) axit benzoic, và 0,402 g tetraisopropyl titanat làm chất xúc tác este hóa được nạp vào bình bốn cổ có thể tích bên trong bằng 2 L và được trang bị nhiệt kế, máy khuấy và bộ ngưng hồi lưu. Trong khi khuấy các hàm lượng dưới dòng khí nitơ, nhiệt độ của các hàm lượng được tăng từng bước cho đến 230°C, và tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ 230°C cho đến khi trị số axit của chất lỏng phản ứng đạt đến 4 hoặc ít hơn, trong khi nước tạo ra được loại bỏ liên tục. Sau phản ứng, glycol chưa phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong

khoảng từ 230 đến 200°C dưới áp suất giảm, nhờ đó thu được 1,2- propandiyl este của axit dibenzoic.

Ngoại trừ việc sử dụng 1,2- propandiyl este của axit dibenzoic làm chất dẻo hóa C' thay cho chất dẻo hóa A, việc đánh giá độ kết tinh, đánh giá đặc tính dẻo hóa, và đánh giá sự nhuộm màu được thực hiện theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

(Ví dụ so sánh 3: Chất dẻo hóa Dietylen Glycol Dibenzoat)

Ngoại trừ việc sử dụng dietylen glycol dibenzoat có sẵn trên thị trường (ECOD-FLEX314, được sản xuất bởi ECOD SPECIALTIES (Wuhan) Co., Ltd.) làm chất dẻo hóa D' thay cho chất dẻo hóa A, việc đánh giá độ kết tinh và đánh giá sự nhuộm màu được thực hiện theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

(Ví dụ so sánh 4: Chất dẻo hóa Trietylen Glycol Dibenzoat)

Sáu trăm sáu mươi gam (4,40 mol) trietylen glycol, 976 g (8,00 mol) axit benzoic, và 0,491 g tetraisopropyl titanat làm chất xúc tác este hóa được nạp vào bình bốn cổ có thể tích bên trong bằng 2 L và được trang bị nhiệt kế, máy khuấy và bộ ngưng hồi lưu. Trong khi khuấy các hàm lượng dưới dòng khí nitơ, nhiệt độ của các hàm lượng được tăng từng bước cho đến 230°C, và tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ 230°C cho đến khi trị số axit của chất lỏng phản ứng đạt đến 4 hoặc ít hơn, trong khi nước tạo ra được loại bỏ liên tục. Sau phản ứng, glycol chưa phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 230 đến 200°C dưới áp suất giảm, nhờ đó thu được trietylen glycol dibenzoat.

Ngoại trừ việc sử dụng trietylen glycol dibenzoat làm chất dẻo hóa E' thay cho chất dẻo hóa A, đánh giá độ kết tinh được thực hiện theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bất ngờ là, chất dẻo hóa E' là chất rắn ở nhiệt độ trong phòng không giống như chất dẻo hóa của Ví dụ 1 và Ví dụ so sánh 1 đến 3.

(Ví dụ so sánh 5: Chế phẩm dẻo hóa)

Bảy mươi phần khối lượng dietylen glycol dibenzoat được sử dụng trong Ví dụ so sánh 3 và 30 phần khối lượng trietylen glycol dibenzoat được điều chế trong Ví dụ so sánh 4 được trộn ở trạng thái lỏng ở nhiệt độ 80°C, và chế phẩm dẻo hóa thu được

chứa dietylen glycol dibenzoat và trietylen glycol dibenzoat được lấy làm chất dẻo hóa F'.

Ngoại trừ việc sử dụng chất dẻo hóa F' thay cho chất dẻo hóa A, việc đánh giá độ kết tinh và đánh giá sự nhuộm màu được thực hiện theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[Bảng 1]

		Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5
Chất dẻo hóa		Chất dẻo hóa A	Chất dẻo hóa B'	Chất dẻo hóa C'	Chất dẻo hóa D'	Chất dẻo hóa E'	Chất dẻo hóa F'
Độ kết tinh	Sau 1 ngày	A	A	A	B	B	A
	Sau 7 ngày	A	A	A	B	B	B
Đặc tính dẻo hóa (20 phần được trộn)	Môđun 100% [MPa]	3,0	3,1	3,1	-	-	-
	Môđun 300% [MPa]	5,6	5,9	5,9	-	-	-
	Độ giãn dài tại điểm đứt gãy	711	716	695	-	-	-
Đặc tính dẻo hóa (40 phần được trộn)	Môđun 100% [MPa]	2,2	2,3	2,4	-	-	-
	Môđun 300% [MPa]	4,2	4,6	4,8	-	-	-
	Độ giãn dài tại điểm đứt gãy	833	794	795		-	
Sự nhuộm màu		A	B	A	C	-	C

Có thể thấy rằng chế phẩm dẻo hóa của Ví dụ 1 thể hiện đặc tính dẻo hóa đặc biệt tuyệt vời mặc dù bao gồm dietylen glycol dibenzoat rẻ với lượng lớn, so với dipropylen glycol dibenzoat đắt tiền của Ví dụ so sánh 1 và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic của Ví dụ so sánh 2. Có thể thấy rằng, đối với các chế phẩm của Ví dụ so sánh 3 đến 5 bao gồm dietylen glycol dibenzoat và/hoặc trietylen glycol dibenzoat, không chỉ tạo ra các tinh thể mà còn gây ra cả hiện tượng nhuộm màu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt, bao gồm dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic, với điều kiện là tỷ lệ khối lượng của dietylen glycol dibenzoat và 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic nằm trong khoảng sau đây:

dietylen glycol dibenzoat : 1,2-propandiyl este của axit dibenzoic = 60:40 đến 80:20.

2. Chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm 1, trong đó chế phẩm này là chất lỏng ở nhiệt độ trong phòng.

3. Chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm này thu được bằng cách cho phản ứng dietylen glycol, propan-1,2-diol, và axit benzoic với nhau.

4. Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt bao gồm nhựa polyuretan dẻo nhiệt và chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3.

5. Chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm 4, trong đó hàm lượng của chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt nằm trong khoảng từ 10 đến 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của nhựa polyuretan dẻo nhiệt.

6. Vật đúc, được tạo thành từ chế phẩm nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm 4 hoặc 5.

7. Phương pháp sản xuất vật đúc nhựa polyuretan, bao gồm bước gây ra phản ứng của nguyên liệu thô phản ứng chứa thành phần polyisoxyanat, thành phần polyol, và chế phẩm dẻo hóa dùng cho nhựa polyuretan dẻo nhiệt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 và đồng thời đúc khuôn.