

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200680039340.9

[51] Int. Cl.

C08G 18/08 (2006.01)

C08G 18/32 (2006.01)

C08G 18/40 (2006.01)

C08G 101/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008 年 10 月 22 日

[11] 公开号 CN 101291968A

[22] 申请日 2006.10.10

[21] 申请号 200680039340.9

[30] 优先权

[32] 2005.10.22 [33] DE [31] 102005050701.8

[86] 国际申请 PCT/EP2006/009750 2006.10.10

[87] 国际公布 WO2007/045372 德 2007.4.26

[85] 进入国家阶段日期 2008.4.22

[71] 申请人 拜尔材料科学股份公司

地址 德国莱沃库森

[72] 发明人 C·J·洛夫尼克 H·赫特尔

B·克雷斯泽夫斯基 C·富桑格尔

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 温宏艳 李连涛

权利要求书 1 页 说明书 11 页

[54] 发明名称

多异氰酸酯加聚多元醇的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及制备 PIPA 多元醇的方法, 以及该多元醇用于制备聚氨酯软质泡沫材料的用途。

1. 一种用于制备多异氰酸酯加聚多元醇（PIPA 多元醇）的方法，其中，在存在尿素和水的情况下，使多异氰酸酯与胺或者链烷醇胺在聚醚多元醇中进行反应。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，使用甲苯二异氰酸酯（TDI）的异构体混合物作为多异氰酸酯，所述甲苯二异氰酸酯（TDI）的异构体混合物含有 80 重量% 的 2,4-TDI。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中使用二乙醇胺、3-氨基-1-丙醇或者氨基乙基乙醇胺作为链烷醇胺。

4. 根据权利要求 1~3 中任一项所述的方法，其中使用二乙醇胺和胺或者链烷醇胺混合物。

5. 可根据权利要求 1~4 中任一项所述方法获取的 PIPA 多元醇。

6. 权利要求 5 所述的 PIPA 多元醇用于制备聚氨酯软质泡沫材料的用途。

多异氰酸酯加聚多元醇的制备方法

本发明涉及用于制备 PIPA 多元醇的方法，以及该多元醇用于制备聚氨酯软质泡沫材料。

目前均在有发泡剂（Treibmittel）和其它添加剂存在的情况下，通过多异氰酸酯与含有至少两个活性氢原子的化合物进行反应的方式来获得 PUR 泡沫材料。在 Dr. G. Oertel（Carl Hanser 出版社）1993 年第 3 版，Kunststoff-Handbuch(塑料手册)，第 VII 册“Polyurethane”中就有关于聚氨酯制备的概述。

主要利用填充剂改性多元醇来制备高弹性 HR 泡沫材料。已知有不同类型的填充聚醚：聚合物多元醇（PMPO）、聚脲分散体（PHD 多元醇）以及多异氰酸酯加聚多元醇（PIPA 多元醇）。通过苯乙烯和丙烯腈在多元醇中的自由基共聚反应获得 PMPO（US-A 3,304,273 和 US-A 3,823,201），通过联氨或胺与一异氰酸酯、二异氰酸酯或多异氰酸酯在多元醇中的加聚反应制成 PHD 多元醇（US-A 4,093,569 和 GB-A 1,501,172），通过多异氰酸酯和链烷醇胺（含有至少一个羟基以及至少一个伯氨基、仲氨基或叔氨基的化合物）在聚醚多元醇中的加聚反应获得 PIPA 多元醇（“PIPA-Process for the Future”, K. Picken, Urethanes Technology, 1984, 第 23-24 页, GB-A 2 072 204）。在所有这三种情况下，聚醚多元醇几乎呈惰性，但少量多元醇与填充剂的反应可稳定分散体。

高弹性泡沫材料不仅比标准泡沫材料更具弹性，而且具有更好的燃烧特性。不断改进泡沫材料的燃烧特性是软质泡沫制造商的一个目标。针对不同的最终应用以及不同的国家，使用不同的燃烧试验。典型示例有“California 117A”、“California 117D”、“Motor Vehicle Safety System 302”以及“British Standard 5852 part 2, Crib V”。通常只有使用相对高含量的昂贵防火剂，才能满足后者的试验要求。

尽管许多 PIPA 多元醇及其泡沫早已为人所知，但人们还在继续开发其它 PIPA 多元醇，以便改进这些多元醇及其泡沫的某些特性。

PIPA 多元醇的稳定性和/或粘度是常见的棘手问题。在 EP-A 129 977 中，如果在制备过程中使用分散剂，则获得优异的 PIPA 多元醇。如果没有分散剂，

则产物就是粗糙、高粘性或者固态的膏状物。

许多研发活动的目标就是提高固含量,以便改进利用该PIPA 多元醇制成的泡沫料的特性,并且减少 PIPA 多元醇的运送量。增加填充剂含量时,必须避免粘度升高到不可接受的程度。在 EP-A 79 115 中描述了填充剂为 40~80 重量% 的 PIPA 多元醇。保留一部分异氰酸酯,并且在以后某一阶段中添加。当制备含有 50% 填充剂的多元醇时(实施例 3),三乙醇胺与 TDI 的比例非常重要:使用 26.55 份与 23.45 份的比例,获得可以将其稀释成填充剂含量为 10% 的产物;而使用 23.08 份与 26.92 份的比例,则获得粘稠、块状的产物,该产物稀释时形成填充剂含量为 10% 的聚集物。

根据 US-A 4,523,025 所述,在第一步骤中使聚胺与环氧烷烃(Alkylenoxid)反应,然后在存在多元醇的情况下,使该反应产物与多异氰酸酯反应。如果并非首先将聚胺与环氧烷烃反应,则反应混合物凝胶速度太快;固体物质发生沉淀,或者泡沫的质量较差。该方法的缺点在于:需要额外的反应步骤。

根据 WO 94/12553 所述,在制备填充剂含量为 25~70% 的 PIPA 多元醇时,在第二个混合头内将第二份乙醇胺添加到异氰酸酯和乙醇胺的反应混合物之中,以此来降低粘度,并且在生产结束之后稳定粘度(即粘度随着时间流逝而增大的程度很小,或者根本不增大)。如果不添加第二份乙醇胺,则产物将凝胶化。根据 US-A 5,179,131 所述,添加 0.05~0.5 重量份的一元羧酸或者二元羧酸,以实现粘度的稳定化。

根据 WO 94/20558 所述,利用一种稳定剂来改善 PIPA 分散体的粘度和稳定性。该稳定剂本身也是一种 PIPA 多元醇。以这种方式和方法,可以制备填充剂含量为 30 重量% 的 PIPA 多元醇,且填充剂不会随时间流逝而发生沉淀。

根据 WO 00/73364 所述,如果在 60~100°C 温度下使用较高的剪切强度进行制备,就能改善填充剂含量为 30~80% 的 PIPA 多元醇的稳定性(和粘度)。

DE-A 198 11 471 描述的是一种制备稳定分散体的方法。通过添加一种单官能胺(例如二正丁胺)来实现这一目的。而没有二正丁胺的对比例则无法处理成软质泡沫多元醇,或者会导致极不均匀的泡沫结构。根据 US-A 4,293,470 所述,添加 0.1~1.0 重量% 的一种仲胺(例如二丁胺),避免了经填充多元醇的粘度发生变化,因此可以改善存放稳定性。

已知可以在制备 PIPA 或者 PHD 多元醇时使用水来降低粘度。根据 US-A 4,093,569 使用 4 重量% 以上的水（特别优选 10~25 重量%）。但其缺点在于：必须在发泡之前去除高比例的水。因此，现有技术的其它文献资料均教导，应使用低的水含量。在 US-A 4,497,913 中，在由一种短链多元醇和一种多异氰酸酯制备经填充的多元醇时，可添加约 0.1~0.5 重量% 的水。在 WO 2004/099281 中记载，由一种短链多元醇和一种基于 MDI 的异氰酸酯，在存在 0.1~5 重量% 水的情况下，制备填充剂含量为 1~80 重量% 的 PIPA 多元醇。

如 WO 00/73364 所述，PIPA 多元醇的许多制备方法均会导致产物的粘度高、产物不稳定，或者在非可控反应过程中产生可能会引起泡沫塌陷的 PIPA 多元醇。

现有技术已知的 PIPA 多元醇具有不均匀性倾向（形成块体或者聚集体）或者不稳定性倾向（相分离或者粘度变化），因此不适合用来制备泡沫材料。

本发明的任务在于制备具有改善的均匀性的 PIPA 多元醇。现已发现：通过在制备多元醇时添加尿素可以实现均匀性的改善。

本发明的另一个任务在于，制备可用来制造聚氨酯软质泡沫的 PIPA 多元醇，且所制成的软质泡沫材料具有比传统 PIPA 多元醇更好的燃烧特性，所述燃烧特性是就英国燃烧标准 "British Standard 5822 part 2.Crib V" 燃烧试验的质量损失与烧穿时间而言的。

本发明的主题是制备多异氰酸酯加聚多元醇（PIPA 多元醇）的方法，其中，在存在尿素和水的情况下，使多异氰酸酯与胺、链烷醇胺或它们的混合物在聚醚多元醇中进行反应。

在根据本发明的方法中，优选使用甲苯二异氰酸酯（TDI），特别优选以含有 80%重量比 2,4-TDI（‘TDI 80’）的异构体混合物的形式，作为多异氰酸酯。在另一实施方案中，使用二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）作为多异氰酸酯，其形式为单体 MDI、MDI 及其高级同系物的混合物（‘聚合 MDI’）或者它们的混合物。

在根据本发明的方法中，可以使用具有伯氨基、仲氨基或叔氨基，优选具有伯氨基或仲氨基的单官能胺、二官能胺或三官能胺。可以使用脂族胺、脂环族胺或者芳族胺。适用的胺例如有：N-甲基-1,3-丙烷二胺、苯胍、1,12-二氨基-4,9-二氧杂癸烷、1,2-丙二胺和 1,3-丙二胺、 α -氨基二苯基甲烷、N,N-二苄基乙二

胺、氨基封端的多元醇（例如 Huntsman ICI 公司的 Jeffamine[®]）、N,N-双(3-氨基丙基)甲胺、环己胺、3-二甲氨基-1-丙胺、二亚乙基三胺、氨基乙基哌嗪。优选的胺为 1,12-二氨基-4,9-二氧杂癸烷、1,2-丙二胺、 α -氨基二苯基甲烷、N,N-二苄基乙二胺、数均分子量为 230 g/mol 的双官能聚氧化丙烯基胺（Polyoxypropylenamine）（Jeffamine[®] D230）、3-二甲氨基-1-丙胺、二亚乙基三胺。

适用于根据本发明方法的链烷醇胺为二乙醇胺（DEOA）、3-氨基-1-丙醇、氨基乙基乙醇胺、氨基乙醇以及氨基乙氧基乙醇。优先的是二乙醇胺、3-氨基-1-丙醇或者氨基乙基乙醇胺。特别优选使用二乙醇胺与其它胺或者链烷醇胺的组合。DEOA 与其它胺或者链烷醇胺的优选混合比为 0.5:1~5:1。混合物的典型 NH 数为 400~700。在此，不考虑伯仲 NH 基团的不同反应性。进行配方计算的出发点为：链烷醇胺内的 OH 基团不参与反应。

适用于根据本发明方法的聚醚多元醇通常所具有的 OH 数为 28~56、OH 官能度为 2~4、环氧乙烷的含量为 15~20 重量%。

根据本发明的方法一并使用尿素水溶液。尿素与水的重量比通常为 1:1。当温度为 20°C 时，尿素在水中的溶解度为 1080g/l，因此不能制备浓得多的溶液。按照总的配方计，一并使用 0.5~5 重量份、优选一并使用 1~2 重量份的尿素水溶液。更稀的溶液同样也可形成均匀的分散体。这种情况下必须适当调整用量。但极稀的溶液并不适宜，这是因为如果使用这种溶液，所制成的 PIPA 多元醇将含有多于大约 3 份的水，而在典型情况下发泡时要使用 3 份水，而附加的步骤并非所愿（蒸馏去除过量的水）。

视需要可以按照总配方添加 0.1~2.0 重量份的抗氧化剂。

在根据本发明的方法中，按照如下比例使用多异氰酸酯和胺或者链烷醇胺，即异氰酸酯基团与对异氰酸酯呈反应性的 NH 或者 NH₂ 基团的比例为 0.90~1.1，优选 0.95~1.05，特别优选 1:1。根据本发明方法制备的 PIPA 多元醇具有的填充剂的含量为 1~50 重量%，优选 10~20 重量%。

可以按照如下方式实施根据本发明的方法，即首先将聚醚多元醇、胺或链烷醇胺、水以及尿素混合，然后添加多异氰酸酯。也可以在一个混合头中同时混合所有组分。通常在室温下实施根据本发明的方法。

根据本发明方法制备的 PIPA 多元醇具有特别均匀的特点，因此有利于进

一步加工成聚氨酯软质泡沫。

假设尿素参与化学反应，而且能够稳定分散体。如 WO 94/20558 所述，可用于制备聚氨酯软质泡沫聚合物的多元醇必须是在基础聚醚内的离散聚合物颗粒的稳定分散体。填充多元醇也必须具有良好的加工特性：粘度必须在某一可以接受的范围内，使得可以在传统发泡设备中处理经填充的多元醇。这种经填充的多元醇最好也能形成具有良好开孔率的泡沫：即开孔不要太多，否则会出现泡沫塌陷；也不要开孔太少，以避免出现收缩，或者避免因此而产生的泡沫质量变差。

实施例

如果没有其它说明，则表中的份数表示重量份，百分数数据表示重量百分比。使用 Haake 公司的旋转式粘度计“Rheostress RS75”，在剪切速率为 50/s 且温度为 25°C 时，测量 PIPA 多元醇的粘度。在室温条件下，使多元醇试样在吡啶中与过量醋酸酐在 4-二甲氨基吡啶催化作用下进行反应，以测定出羟基数（OHZ）。使过量醋酸酐与水进行皂化反应，然后使用氢氧化钠水溶液滴定所产生的醋酸。使用电位滴定法测定总碱量：使用高氯酸对溶解于醋酸内的试样的碱性成分进行电位滴定。

实施例中所使用的产品如下：

聚醚 A： 三官能聚醚多元醇，OHZ 为 35，EO 含量为 17.5 重量%。

DEOA 二乙醇胺

Desmodur® T80： 2,4-和 2,6-TDI (80:20) 混合物，NCO 含量为 48 重量%。

Irganox® 1135: 抗氧化剂 (Ciba Speciality Chemicals)

Irganox® 68b: 抗氧化剂 (Ciba Speciality Chemicals)

Jeffamine® D230: 聚氧化丙烯基胺，MG = 230，(Huntsmann ICI)。

Tegostab® B8681: 基于聚硅氧烷-聚醚的泡沫稳定剂 (Goldschmidt AG)。

Niax® A1: 溶于二丙二醇中的双(2-二甲氨基)乙基醚 (GE Speciality Chemicals)。

Dabco® 33-LV: 33% 三亚乙基二胺，67% 二丙二醇 (Air Products)。

Desmorapid® SO: 2-乙基己酸锡 (Rhein Chemie)

Levagard PP: 三(2-氯异丙基)磷酸酯 (Rhein Chemie)。

用于实施例 1-9 的方法

在室温下, 将聚醚 A、胺和/或链烷醇胺以及尿素水溶液 (50 重量%) 预先放置在混合烧杯中。使用 Pendraulik 搅拌器以每分钟约 2400 转的转速搅拌两分钟。一次性加入 Desmodur[®] T80, 以每分钟约 2400 转的转速继续搅拌 2 分钟。混合物因反应放热而明显被温热。分散体一旦冷却到大约 60°C, 就加入 Irganox[®] 1135。

实施例		1	2	3	4	5
聚醚 A	份	77.82	77.81	77.80	77.80	77.81
DEOA	份	10.93	8.12	8.21	8.12	8.12
α -氨基二苯基甲烷	份		3.49			
N,N-二苄基乙二胺	份			2.90		
Jeffamine D230	份				2.94	
氨基乙基乙醇胺	份					1.93
尿素	份	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
水	份	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Desmodur T80	份	9.047	8.376	8.895	8.945	9.943
填充剂含量 (%)		20	20	20	20	20
粘度 [在 50/s 和 25°C] (mPas)		1850	4390	1850	1821	1908
羟基数 (mg KOH/g)		148	117	119	118	127
总碱量 (mg KOH/kg)		1898	1177	1398	1197	3334

实施例		6	7	8	9
聚醚 A	份	77.80	77.80	77.80	88.90
DEOA	份	8.12	8.12	5.36	4.06
氨基乙基乙醇胺	份				0.97
3-氨基-1-丙醇	份	2.39			
2-(2-氨基乙氧基乙醇)	份		2.82	5.58	
尿素	份	1.0	1.0	1.0	0.5
水	份	1.0	1.0	1.0	0.5
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.1
Desmodur T80	份	9.488	9.055	9.055	4.971
填充剂含量 (%)		20	20	20	10
粘度 [在 50/s 和 25°C] (mPas)		2001	2156	2521	1217
OH-数 (mg KOH/g)		135	134	119	78
总碱量 (mg KOH/kg)		2361	2433	2839	1077

所有 PIPA 分散体 1-9 均为均质, 其粘度在 1800~4500 mPas 之间 (温度为 25°C)。

在对比例 1a-9a 中, 没有使用尿素来制备 PIPA: 仅使用水来替代尿素水溶液。仅在 6a 情况下获得了均质 PIPA 分散体。

用于对比例 1a - 9a 的方法

在室温条件下，将聚醚 A、胺和/或链烷醇胺和水预先置入混合烧杯中。使用 Pendraulik 搅拌器以每分钟约 2400 转的转速搅拌两分钟。一次性加入 Desmodur® T80，以每分钟约 2400 转的转速继续搅拌 2 分钟。混合物因反应放热而明显被温热。一旦分散体冷却到大约 60°C，就加入 Irganox® 1135。

实施例		1a	2a	3a	4a	5a
聚醚 A	份	78.82	78.81	78.80	78.80	78.81
DEOA	份	10.93	8.12	8.21	8.12	8.12
α -氨基二苯基甲烷	份		3.49			
N,N-二苄基乙二胺	份			2.90		
Jeffamin D230	份				2.94	
氨基乙基乙醇胺	份					1.93
尿素	份	-	-	-	-	
水	份	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Desmodur T80	份	9.047	8.376	8.895	8.945	9.943
填充剂含量 (%)		20	20	20	20	20
注释		不均匀	不均匀	不均匀	不均匀	不均匀: 结块

实施例		6a	7a	8a	9a
聚醚 A	份	78.80	78.80	78.80	88.90
DEOA	份	8.12	8.12	5.36	4.06
氨基乙基乙醇胺	份				0.965
3-氨基-1-丙醇	份	2.39			
2-(2-氨基乙氧基乙醇)	份		2.82	5.58	
尿素	份	-	-	-	-
水	份	1.0	1.0	1.0	0.5
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.1
Desmodur T80	份	9.488	9.055	9.055	4.971
填充剂含量 (%)		20	20	20	10
粘度 [在 50/s 和 25°C] (mPas)		1634			
OH-数 (mg KOH/g)		134			
总碱量 (mg KOH/kg)		1497			
注释			条纹; 不稳定分散体	条纹; 不稳定分散体	不均匀

在对比例 1b-9b 中，没有使用尿素和水来制备 PIPA。所有多元醇均不均匀。

用于对比例 1b-9 的方法，编写日期 2006 年 7 月 5 日 10:00 b

在室温条件下，将聚醚 A 以及胺和/或链烷醇胺预先放置在混合烧杯中。使

用 Pendraulik 搅拌器以每分钟约 2400 转的转速搅拌两分钟。一次性加入 Desmodur[®] T80, 以每分钟约 2400 转的转速继续搅拌 2 分钟。混合物因反应放热而明显被温热。一旦分散体冷却到大约 60°C, 就加入 Irganox[®] 1135。

实施例		1b	2b	3b	4b	5b
聚醚 A	份	79.82	79.8	79.80	79.80	79.81
DEOA	份	10.93	8.12	8.21	8.12	8.12
α -氨基二苯基甲烷	份		3.49			
N,N-二苯基乙二胺	份			2.90		
Jeffamin D230	份				2.94	
氨基乙基乙醇胺	份					1.93
尿素	份	-			-	-
水	份		-	-	-	-
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Desmodur T80	份	9.047	8.376	8.895	8.945	9.943
填充剂含量 (%)		20	20	20	20	20
注释		不均匀	不均匀	不均匀	不均匀: 结块	不均匀 (填充剂呈粗颗粒状)

实施例		6b	7b	8b	9b
聚醚 A	份	79.80	79.80	79.80	88.90
DEOA	份	8.12	8.12	5.36	4.06
氨基乙基乙醇胺	份				0.965
3-氨基-1-丙醇	份	2.39			
2-(2-氨基乙氧基乙醇)	份		2.82	5.58	
尿素	份	-	-	-	
水	份	-	-	-	-
Irganox 1135	份	0.2	0.2	0.2	0.1
Desmodur T80	份	9.488	9.055	9.055	4.971
填充剂含量 (%)		20	20	20	10
注释		不均匀	不均匀	不均匀	不均匀

使用均质 PIPA 分散体 1-9 和 6a 来制备软质泡沫材料 (实施例 10-19);

实施例 10-19

将 100 份 PIPA 多元醇分散体与水、Tegostab[®] B8681、DEOA、Niax[®] A1 和 Dabco[®] 33-LV 一起搅拌 20 秒。加入 Desmorapid[®] SO 之后, 将混合物继续搅拌 10 秒。接着加入 Desmodur[®] T80, 并且搅拌 8~13 秒 (视开始时间而定)。将反应混合物倒入模具之中。待上升时间结束后, 在 100~120°C 温度下烘焙

泡沫 20 分钟。

实施例		10	11	12	13	14
PIPA 多元醇分散体编号		1	2	3	4	5
PIPA 多元醇分散体	份	100	100	100	100	100
水	份	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
B8681	份	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
DEOA	份	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Niax A1	份	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Dabco 33LV	份	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
Desmorapid SO	份	0.25	0.25	0.25	0.25	0.18
T80	份	38.3	38.3	38.3	38.3	38.3
开始时间	s	10	9	9	10	9
上升时间	s	95	90	100	115	95
体积密度	kg/m ³	34.4	36.0	33.0	31.3	34.6
流动阻力 (水柱)	mm	70	100	75	90	80
泡沫结构		好	好	好	好	好

实施例		15	16	17	18	19
PIPA 多元醇分散体编号		6	6a	7	8	9
PIPA 多元醇分散体	份	100	100	100	100	100
水	份	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
B8681	份	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
DEOA	份	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Niax A1	份	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Dabco 33LV	份	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
Desmorapid SO	份	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
T80	份	38.3	38.3	38.3	38.3	38.3
开始时间	s	10	14	9	9	9
上升时间	s	90	120	115	120	115
体积密度	kg/m ³	33.5	32.9	35.4	34.0	31.1
流动阻力 (水柱)	mm	85	90	80	55	110
泡沫结构		好	强烈收缩	好	好	好

开始时间表示从最近一次混合操作开始，直至能观察到反应混合物体积有变化或者明显上升的时间段。

上升时间表示混合开始与泡沫出现最大垂直膨胀之间的时间段。通过测定试样的体积和质量来确定体积密度。

测定流动阻力 (开孔率) 的方法为：让空气流过试样，利用 0~350 mm 标尺上的水柱检测气流阻力。所使用的装置由内径为 36 mm 且标有 0~350 毫米刻度的玻璃筒和净宽 (lichter Weise) 为 7 mm 的内管构成。该内管在上方终止

于三通管(T-Stück), 将空气输入管连接在三通管的其中一端, 将软管与测量头连接在另一端。用于连接测量头的软管的内径为 12 mm, 长度为 1.80 m。玻璃筒下端密闭, 可以通过向后安装的漏斗将水填充入其中。通过两个旋塞阀、一个减压器和任意长度与任意直径的软管, 将检测仪器连接到压缩空气源上, 将减压器调整到大约 2.0 bar。将蒸馏水填充到玻璃容器, 直至弯月面底边到达 H₂O-Std.-标记。然后拧开旋塞阀 1, 利用旋塞阀 2 如此改变流动速度: 直至内柱的弯月面底边到达 0 mm 标记, 这样就已调整好 100 mm 水柱的输入压力。调整好输入压力之后, 将测量头无压力地放置在试样上, 查看内管中的水柱高度。此高度等于试样的流动阻力。

使用尿素水溶液制成的分散体 1-9 形成了可接受的软质泡沫材料。没有使用尿素制成的分散体 6a 形成了强烈收缩的不可接受泡沫。这就表明: 制备 PIPA 多元醇时使用尿素水溶液不仅能改善多元醇的均匀性, 也能有助于发泡。

对比例 20-21

在对比例 20 和 21 中, 使用二月桂酸二丁基锡催化剂, 且不使用尿素水溶液来制备经填充的多元醇。实施例 20 可以与实施例 9 直接对比。实施例 20 和 9 中所使用的多元醇都均匀, 但实施例 20 中的多元醇会导致泡沫塌陷。在实施例 21 中同样也是使用二月桂酸二丁基锡作为催化剂来制备多元醇。但相应的经填充多元醇并不均匀。

实施例		20	21
聚醚 A	份	89.40	89.40
DEOA	份	4.06	4.06
氨基乙基乙醇胺	份	0.97	
3-氨基-1-丙醇	份		1.20
二月桂酸二丁基锡	份	0.03	0.03
Desmodur T80	份	4.98	4.744
填充剂含量 (%)		10	10
粘度 [在 50/s和 25°C] (mPas)		1294	
OH-数 (mg KOH/g)		82	不均匀
总碱量 (mg KOH/kg)		1863	
发泡		塌陷	-

实施例 22 和 24 以及对比例 23 和 25

实施例 22 是含 10% 的 PIPA, 制备方法与实施例 9 一样, 仅在这种情况下通过低压混合头与机械式搅拌器来制备 PIPA 多元醇。在对比例 23 中以

TEOA 为基础,以二月桂酸二丁基锡作为催化剂,也是通过低压混合头与机械式搅拌器来制备标准 PIPA。两个试验均形成了稳定的 PIPA 多元醇,在实施例 24 和对比例 25 中在 UBT 设备上对其进行发泡。尽管两种产物均能通过“Crib V”燃烧试验(质量损失小于 60g,燃烧时间小于 10 分钟),但在实施例 24 中使用本发明所述 PIPA 多元醇形成的泡沫的质量损失和烧穿时间比对比例 25 还要小。这就表明:可以通过优化多元醇组合的方式来改善燃烧特性。

实施例		22	23
聚醚 A	份	88.94	89.90
DEOA	份	4.04	
氨基乙基乙醇胺	份	0.97	
三乙醇胺	份		4.7
尿素	份	0.5	
水	份	0.5	
Irganox 68b	份	0.1	0.1
二月桂酸二丁基锡	份		0.03
Desmodur T80	份	4.94	5.3
填充剂含量(%)		10	10

实施例		24	25
PIPA 多元醇分散体编号		22	23
PIPA 多元醇分散体	份	100	100
水	份	2.7	2.7
B8681	份	0.35	0.35
DEOA	份	1.2	1.2
Dabco 33LV	份	0.2	0.2
Levagard PP	份	8.0	8.0
Desmorapid SO	份	0.18	0.22
T80	份	36.8	36.8
开始时间	s	13	13
上升时间	s	120	95
体积密度	kg/m ³	39.3	38.2
BS 5852 "Crib V" 燃烧试验			
质量损失 (< 60 g)	g	32/29*	34/36*
烧穿时间 (< 10 分钟)	分钟	2.55/3.15*	3.20/3.25*
试验通过		是	是

* 重复测定