

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 97/25997

※ 申請日期： 97-7-10

※IPC 分類： C8J9/28 (2006.01)

F16B 3/347

一、發明名稱：(中文/英文)

用於乾燥由水性 PU 分散液構成之發泡體之製程

PROCESS FOR THE DRYING OF FOAMS COMPOSED OF AQUEOUS
PU DISPERSIONS

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

拜耳材料科學股份有限公司

BAYER MATERIALSCIENCE AG

代表人：(中文/英文)

1. 潘尼爾/PERCHENEK, NILS

2. 包彼得/BAILLY, PETER

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國利佛可生城 51368 號

51368 LEVERKUSEN, GERMANY

國 籍：(中文/英文)

德國/GERMANY

三、發明人：(共 7 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 奈斯坦/NIESTEN, MEIKE

2. 史帝芬/HOFACKER, STEFFEN

3. 瑞斯齊/RISCHE, THORSTEN

4. 塞巴斯/DOERR, SEBASTIAN

5. 克梅爾/KRAEMER, THORSTEN

6. 肯克斯/KEMPKES, HARTWIG

7.赫波爾/HEPPERLE, JENS

國 籍：(中文/英文)

1.為荷蘭/THE NETHERLANDS

2.-7.為德國/GERMANY

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.歐洲專利公約；西元 2007 年 07 月 11 日；07013548.8

2.歐洲專利公約；西元 2007 年 08 月 24 日；07016605.3

3.歐洲專利公約；西元 2007 年 10 月 19 日；07020541.4

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

7.赫波爾/HEPPERLE, JENS

國 籍：(中文/英文)

1.為荷蘭/THE NETHERLANDS

2.-7.為德國/GERMANY

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.歐洲專利公約；西元 2007 年 07 月 11 日；07013548.8

2.歐洲專利公約；西元 2007 年 08 月 24 日；07016605.3

3.歐洲專利公約；西元 2007 年 10 月 19 日；07020541.4

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

相關之專利申請案

本專利申請案主張於 2007 年 7 月 11 日提出申請之歐洲專利申請案第 07 013 548.8 號、於 2007 年 8 月 24 日提出申請之歐洲專利申請案第 07 016 605.3 號及於 2007 年 10 月 19 日提出申請之歐洲專利申請案第 07 020 541.4 號之權益，其揭示係完整地併入本文作為參考。

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於發泡體之微波乾燥，該發泡體較佳地係自水性聚胺甲酸乙酯分散液獲得。

【先前技術】

基板之塗布逐漸增加地使用水性黏合劑，特定言之聚胺甲酸乙酯分散液。

由於聚胺甲酸乙酯分散液具有優良之起泡性及自其製造之發泡體及塗層具有優異之性質，諸如良好之耐磨性、抗擦傷性、抗縱向彎曲性（buckling resistance）及抗水解性，因此聚胺甲酸乙酯分散液係特別適合於裝潢之傢俱、操作人員保護及汽車內部設備之領域之應用。例如，於僅一次操作中以比較地高之層厚度製造發泡體包覆料係可能的，以其他方式，此等包覆料係僅能以包含溶劑之高固體塗料組成物方可獲得（德國專利 DE 10 2004 060 139）。

此外，由於以水性聚胺甲酸乙酯分散液為基礎之發泡體係很實質地不含有機溶劑及不含異氰酸酯單體，因此亦可使用彼等於化妝及醫療用途，而不需進一步之預處理或純化。

由水性聚胺甲酸乙酯分散液構成之發泡體通常係經由發泡、發泡體之塗布於背襯、及其後之物理乾燥而製造。為了加速乾燥，通常使用溫熱之空氣。然而，以受乾燥之濕發泡體內層（sublayer）為基準，此種乾燥技術係僅適合於至多3毫米之發泡體厚度。對於較大厚度之內層存在之一種問題係，發泡體係僅表面地及部分地乾燥，及逐漸增加之大量水氣可自內部逸出。此導致不均勻及有時牽涉主要遲延之乾燥行為。

因此，需要有一種用於乾燥由水性聚胺甲酸乙酯分散液構成之發泡體之方法，該方法縱然用於超過3毫米之濕發泡體厚度，仍然導致乾燥之發泡體，該發泡體係均勻的，亦即，於合理之期間內，遍及整個發泡體剖面係均勻的，及具有發泡體之結構之保持。

水性塗層，特定言之，以水性聚胺甲酸乙酯分散液為基礎之塗層，藉由微波輻射之乾燥係於歐洲專利 EP-A 880 001、德國專利 DE-A 4 121 203或美國專利US 2004/0253452中以實例揭示。然而，於該處總是包含最多100微米(μm)之層厚度之塗層之薄膜，此等薄膜通常不含氣泡，即不含任何類型之發泡體結構。

【發明內容】

令人驚訝地，目前頃發現，微波輻射亦適合於乾燥自水性聚胺甲酸乙酯分散液製造之發泡體，具有彼等之發泡體之結構之保

持，及於此處達成發泡體遍及整個發泡體剖面之同時乾燥係可能的。

本發明因此提供一種用於水濕性發泡體（較佳地藉由自水性聚胺甲酸乙酯分散液及，倘若適合，則自另外之成分，之發泡而可獲得者）之乾燥之方法，其中該濕發泡體係經歷微波輻射。

對於本發明之目的，乾燥係意指受乾燥之發泡體之水含量之降低。

於本發明之情況中，水濕性係意指，以整個發泡體計，至少10重量％之水含量，較佳地15至60重量％，特別較佳地35至60重量％。

對於本發明之目的，微波輻射係意指於300 MHz至300 GHz之頻率範圍內之電磁輻射。於2.0至3.0 GHz，及0.8至1.5 GHz之頻率範圍內之輻射係較佳的。特別較佳之頻率係2.2至2.6 GHz，及0.85至1.0 GHz。很特別較佳者係2.45 GHz(± 0.1 GHz)及0.915 GHz(± 0.05 GHz)。

於受乾燥之該等發泡體之下之適合之水性聚胺甲酸乙酯分散液本身係已為熟諳此項技藝者所知，且於水性流體中包含聚胺甲酸乙酯及/或聚胺甲酸乙酯-聚脲之任何之分散液。

聚胺甲酸乙酯-聚脲分散液係較佳的。

聚胺甲酸乙酯分散液之固體含量較佳地係40至63重量％。

此等聚胺甲酸乙酯分散液較佳地係經由：

A) 製備異氰酸酯-官能之預聚物，由下列構成：

a1) 脂族或環脂族聚異氰酸酯；

a2) 具有400至8,000克/莫耳之數目平均莫耳質量及1.5至6之OH官能度之聚合之多元醇；

a3) 倘若適合，則羥基-官能、離子或潛在離子、及/或非離子之親水化劑；

5 B) 然後使其自由態NCO基完全地或部分地與下列反應：

b1) 具有32至400克/莫耳之莫耳質量之胺基-官能之化合物；及/或

b2) 胺基-官能、離子或潛在離子之親水化劑；

10 使鏈伸長，及於階段B)之前或之後，將該預聚物分散於水中而獲得，其中，視需要，存在之潛在離子基團係經由與中和劑之部分或完全之反應而轉化成為離子之形式。

異氰酸酯-反應性基團之實例係胺基、羥基或硫醇基。

通常於a1)中使用之材料係二異氰酸1,6-六亞甲酯、異佛酮二異氰酸、異構之雙(4,4'-異氰醯基環己基)甲烷、及其混合物。

15 使用具有縮脲二酮、異三聚氰酸酯、胺甲酸乙酯、脲甲酸酯、縮二脲、亞胺基嘮二吡二酮及/或嘮二吡三酮結構之經修飾之二異氰酸酯同樣地係可能的，及使用每分子具有超過2個NCO基之未修飾之聚異氰酸酯亦係可能的，一種實例係4-異氰醯基甲基-1,8-辛烷二異氰酸酯（壬烷三異氰酸酯）或三苯基甲烷4,4',4''-三異氰酸酯。

20

成分a)之化合物特別較佳地係具有完全以脂族方式及/或以環脂族方式鍵結之異氰酸酯基及具有2至4（較佳地2至2.6及特別較佳地2至2.4）之混合物之平均NCO官能度之上述類型之聚異氰酸酯或聚異氰酸酯混合物。

於a2)中使用之成分係聚合之多元醇，其數目平均莫耳質量係400至6,000克/莫耳，特別較佳地600至3,000克/莫耳。此等較佳地具有1.8至3之OH官能度，特別較佳地1.9至2.1。

此等聚合之多元醇，其等本身於聚胺甲酸乙酯塗料技術中係已為吾人所知的，係聚酯多元醇、聚碳酸酯多元醇、聚醚多元醇、聚丙烯酸酯多元醇、聚酯聚碳酸酯多元醇及聚醚碳酸酯多元醇。於a2)中，此等可係個別地使用或與彼此之任何合適之混合物使用。

所使用之上述類型之聚合之多元醇較佳地係具有基本之脂族骨架者。最好使用脂族之聚碳酸酯多元醇、聚酯多元醇、聚醚多元醇、或其等之任何合適之混合物。

優先地使用之聚胺甲酸乙酯分散液之較佳具體實施例包含，作為成分a2)，由聚碳酸酯多元醇及聚伸丁二醇多元醇構成之混合物，其中聚伸丁二醇多元醇於混合物中之比例係35至70重量%及聚碳酸酯多元醇於混合物中之比例係30至65重量%，其限制條件為聚碳酸酯多元醇與聚伸丁二醇多元醇之重量百分率之總量係100重量%。

羥基-官能、離子或潛在離子之親水化劑a3)係意指任何之具有至少一個異氰酸酯-反應性之羥基及至少一個官能度諸如 $-\text{COOY}$ 、 $-\text{SO}_3\text{Y}$ 、 $-\text{PO}(\text{OY})_2$ (Y之實例係 H^+ 、 NH_4^+ 、金屬陽離子)、 $-\text{NR}_2$ 、 $-\text{NR}_3^+$ ($\text{R} = \text{H}$ 、烷基、芳基)之化合物，其中於與水性流體交互作用之後，此產生視pH而定之解離平衡，及可因此具有負或正電荷，或無電荷。

對應於成分a3)之定義之適合之離子或潛在離子之親水化化

合物之實例係單-及二羥基羧酸、單-及二羥基磺酸、及單-及二羥基膦酸及其等之鹽類，例如二羥甲基丙酸、二羥甲基丁酸、羥基三甲基乙酸、順丁烯二酸、檸檬酸、羥乙酸、乳酸、由2-丁烯二醇與NaHSO₃構成之經丙氧基化之加成物（於德國專利 DE-A 2 446 440中以實例（第5至9頁，式 I-III）敘述）、及包含可轉換成陽離子基之單位（作為親水化之結構成分，例如以胺為基礎之單位）之化合物，一種實例係N-甲基二乙醇胺。

成分a3)之較佳之離子或潛在離子之親水化劑為其等之親水化之作用係陰離子之以上提及類型者，較佳地經由羧基或羧酸基及/或磺酸基。

特別較佳之離子或潛在離子之親水化劑係包含羧基及/或磺酸基作為陰離子或潛在陰離子基者，實例係二羥甲基丙酸或二羥甲基丁酸之鹽類。

成分a3)之適合之非離子親水化化合物之實例係聚烷二醇醚，其等包含至少一個羥基作為異氰酸酯-反應性基團。

實例係單羥基-官能之聚環氧烷聚醚醇類，其等每分子具有統計平均之5至70個（較佳地7至55個）環氧乙烷單位及其等係以本身已為吾人所知之方法經由適合之啟動物分子(starter molecules)（例如，於Ullmanns Encyclopädia der technischen Chemie [Ullmann's Encyclopaedia of Industrial Chemistry], 4th Edition, Volume 19, Verlag Chemie, Weinheim pp. 31-38中）之烷氧化作用而可獲得。

此等係純粹之聚環氧乙烷醚類或混合之聚環氧乙烷醚類，及以存在之所有環氧乙烷單位計，彼等包含至少30莫耳%，較佳地至少

40莫耳%之環氧乙烷單位。

特別較佳之非離子化合物係單官能之混合聚環氧烷聚醚類，其等具有40至100莫耳%之環氧乙烷單位及0至60莫耳%之環氧丙烷單位。

5 用於此等非離子親水化劑之適合之啟動物分子係飽和之單醇類（諸如甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、異丁醇、第二丁醇、異構之戊醇類、己醇類、辛醇類及壬醇類、正癸醇、正十二醇、正十四醇、正十六醇、正十八醇、環己醇）；異構之甲基環己醇類；或羥基甲基環己烷、3-乙基-3-羥基甲基氧雜環丁烷
10 或四氫糠醇；二甘醇單烷基醚（例如二甘醇單丁基醚）；不飽和之醇類（諸如烯丙醇、1,1-二甲基烯丙基醇或油醇(oleinal alcohol)）；芳族醇類（諸如酚、異構之甲酚類、或甲氧基酚類）；芳脂族醇類（諸如苜醇、大茴香醇、或桂皮醇）；第二單胺類（諸如二甲胺、二乙胺、二丙胺、二異丙胺、二丁胺、雙(2-乙基己基)
15 胺、N-甲基-及N-乙基環己基胺或二環己胺）；及雜環之第二胺類（諸如嗎福林、吡咯啉、哌啉或1H-吡啶）。較佳之啟動物分子係上述類型之飽和之單醇類。使用二甘醇單丁基醚或正丁醇作為啟動物分子係特別較佳的。

20 特別適合於烷氧化反應之環氧烷類係環氧乙烷及環氧丙烷，於烷氧化反應之期間，其等可係以任何合適之順序於混合物中使用。

 使用之成分b1)可包含二-或多元胺類，諸如1,2-伸乙二胺、1,2-及1,3-二胺基丙烷、1,4-二胺基丁烷、1,6-二胺基己烷、異佛酮二胺、2,2,4-與2,4,4-三甲基六亞甲二胺之異構物混合物、2-甲

基五亞甲二胺、二伸乙三胺、及4,4-二胺基二環己基甲烷及/或二
甲基伸乙二胺。

此外，使用之成分b1)亦可包括某些化合物，其等不僅具有一
級胺基而且亦有二級胺基，或者不僅有胺基（一級或二級）而且
5 亦有OH基。於本文中之實例係一級/二級胺類，諸如二乙醇胺、
3-胺基-1-甲基胺基丙烷、3-胺基-1-乙基胺基丙烷、3-胺基-1-環己
基胺基丙烷、3-胺基-1-甲基胺基丁烷；及烷醇胺類，諸如N-胺基
乙基乙醇胺、乙醇胺、3-胺基丙醇、新戊醇胺。

此外，使用之成分b1)亦可包括單官能之胺化合物，諸如甲
10 胺、乙胺、丙胺、丁胺、辛胺、月桂胺、硬脂胺、異壬基氧基丙
胺、二甲胺、二乙胺、二丙胺、二丁胺、N-甲基胺基丙胺、二乙
基(甲基)胺基丙胺、嗎福林、哌啶、及其等之適合之經取代之衍
生物，由雙一級胺類與單羧酸類構成之醯胺胺類(amidamines)、
由雙一級胺類、與一級/三級胺類構成之胺類(monoketines)（諸如
15 N,N-二甲基胺基丙胺）。

最好，使用1,2-伸乙二胺、1,4-二胺基丁烷、異佛酮二胺及二
伸乙三胺。

術語-成分b2)之離子或潛在離子之親水化劑，係意指任何之
具有至少一個異氰酸酯-反應性之胺基、及至少一個官能度諸如
20 -COOY、-SO₃Y、-PO(OY)₂（Y之實例係H⁺、NH₄⁺、金屬陽離子）
之化合物，其中於與水性流體交互作用之後此產生視pH而定之解
離平衡及可因此具有正或負電荷，或無電荷。

適合之離子或潛在離子之親水化化合物之實例係單-及二胺
基羧酸類、單-及二胺基磺酸類、及單-及二胺基膦酸類及彼等之

鹽類。此等離子或潛在離子之親水化劑之實例係N-(2-胺基乙基)- β -丙胺酸、2-(2-胺基乙基胺基)乙烷磺酸、伸乙二胺丙基-或-丁基磺酸、1,2-或1,3-伸丙二胺- β -乙基磺酸、甘胺酸、丙胺酸、牛磺酸、離胺酸、3,5-二胺基苯甲酸及異佛酮二異氰酸酯 (IPDI) 與丙烯酸之加成物 (歐洲專利 EP-A 0 916 647, 實例1)。亦可使用來自世界智慧財產權組織專利 WO-A 01/88006之環己基胺基丙烷磺酸 (CAPS), 作為陰離子或潛在陰離子之親水化劑。

較佳之離子或潛在離子之親水化劑b2)係包含羧基及/或磺酸基作為陰離子或潛在陰離子基團者, 實例係N-(2-胺基乙基)- β -丙胺酸、或2-(2-胺基乙基胺基)乙烷磺酸、或異佛酮二異氰酸酯與丙烯酸之加成物之鹽類 (歐洲專利 EP-A 0 916 647, 實例1)。

對於親水化作用方法, 最好使用由陰離子或潛在陰離子之親水化劑與非離子之親水化劑組成之混合物。

於NCO-官能之預聚物之製備之期間, 來自成分a)之化合物之NCO基相對於來自成分a2)至a3)之NCO-反應性基團之比率係1.2至3.0, 較佳地1.3至2.5。

於階段B)中之胺基-官能之化合物之使用之數量係致使此等化合物之異氰酸酯-反應性之胺基相對於預聚物之自由態異氰酸酯基之當量比係50至125%者, 較佳地60至120%。

一種較佳具體實施例使用以陰離子方式及以非離子方式親水化之聚胺甲酸乙酯分散液, 其製備使用下列數量之成分a1)至a3)及b1)至b2), 其中個別數量產生100重量%之總量:

10至30重量%之成分a1),

65至85重量%之成分a2),

0.5至14重量%之成分b1)，

0.1至13.5重量%之總量之成分a3)及b2)，其中，以成分a1)至a3)之總數量計，使用0.5至3.0重量%之陰離子或潛在陰離子之親水化劑。

5 聚胺甲酸乙酯分散液(I)之特別較佳具體實施例包含，作為成分a1)，異佛酮二異氰酸酯及/或二異氰酸1,6-六亞甲酯及/或異構之雙(4,4'-異氰醯基環己基)甲烷，連同由聚碳酸酯多元醇與聚伸丁二醇多元醇組成之混合物a2)。

10 此等聚胺甲酸乙酯分散液可係於一個或一個以上階段中於均勻相中、或者於多段反應之案例中至某種程度於分散相中製備。於包含a1)至a3)之複加成作用之完全或部分進行之後，發生分散液、乳液、或溶液步驟。然後，倘若適合，接著進行於分散相中之進一步之複加成作用或修飾。

15 於此處可使用自先前技藝而已為吾人所知之任何方法，實例係預聚物混合方法、丙酮方法、或熔體分散方法。較佳者係丙酮方法。

20 對於經由丙酮方法之製備，通常之方法係使用部分或所有之用於製備異氰酸酯-官能之聚胺甲酸乙酯預聚物之聚異氰酸酯成分a1)及成分a2)至a3)（不容許其等具有任何一級及二級胺基）作為最初之進料，及倘若合適則以對於水可互溶混但對於異氰酸酯基為惰性之溶劑稀釋，及加熱至於50至120°C之範圍內之溫度。為了加速異氰酸酯加成反應，可使用於聚胺甲酸乙酯化學中已為吾人所知之催化劑。

適合之溶劑係習用之脂族，酮基-官能之溶劑，諸如丙酮或2-

丁酮，及不僅於製備之開始可將此等加入，而且，倘若適合，則於隨後之部分中亦可將此等加入。丙酮及2-丁酮係較佳的。

然後，將未於反應開始時加入之a1)至a3)之任何成分計量入。

5 發生成分a1)至a3)之部分或完全之反應以產生預聚物，但較佳地完全之反應。此產生包含自由態之異氰酸酯基（其係於塊體中（in bulk）或於溶液中）之聚胺甲酸乙酯預聚物。

於方法之進一步之步驟中，倘若此反應尚未發生或僅已發生至某種程度，則然後藉由脂族酮（諸如丙酮或2-丁酮）之協助，溶解該生成之預聚物。

10 倘若適合，則於本發明之方法中可以水-或溶劑-稀釋之形式，個別地或於混合物中，使用胺之成分b1)及b2)，及理論上任何之添加順序係可能的。

倘若附隨地使用水或有機溶劑作為稀釋劑，則於用於鏈伸長之B)中使用之成分中之稀釋劑含量較佳地係30至95重量%。

15 分散作用較佳地接著進行鏈伸長作用。對於此，將已溶解及已伸長鏈之聚胺甲酸乙酯聚合物以高水準之剪切（例如，具有劇烈之攪拌）引進入分散水中，或者使用逆方法，經由攪拌分散水進入已伸長鏈之聚胺甲酸乙酯聚合物溶液中。較佳係將水加入已溶解之已伸長鏈之聚胺甲酸乙酯聚合物中。

20 然後，於分散階段之後，於分散液中保留之溶劑通常係經由蒸餾而移出。於已終止分散程序之前進行移出，同樣係可能的。

對於本發明重要之於分散液中之有機溶劑之殘餘含量通常係低於以整個分散液計之1.0重量%，較佳地低於0.3重量%。

對於本發明重要之分散液之pH通常係低於9.0，較佳地低於8.0。

受乾燥之發泡體之製造亦可附隨地使用發泡助劑(II)、增稠劑(III)及其他助劑與添加劑(IV)，連同聚胺甲酸乙酯分散液。

5 適合之發泡助劑(II)係市售之安定劑，諸如水溶性脂肪酸醯胺類、磺酸基丁二醯胺類、烴磺酸鹽類、烴硫酸鹽類或脂肪酸鹽類（其中親脂之基團較佳地包含12至24個碳原子）、烷基聚糖苷類、及其類似物。

較佳之發泡助劑(II)係烷烴磺酸鹽類或烷烴硫酸鹽類（於每種案例中於烴自由基中具有12至22個碳原子）、烷基苯磺酸鹽類或烷基苯硫酸鹽類（於每種案例中於烴自由基中具有14至24個碳原子）、或具有12至24個碳原子脂肪酸醯胺類或脂肪酸鹽類。

15 上述之脂肪酸醯胺類較佳地係單-或二(C2-3-烷醇)胺之脂肪酸醯胺類。當作實例之脂肪酸鹽類可係鹼金屬鹽類、胺鹽類或未經取代之銨鹽類。

此等脂肪酸衍生物通常係以脂肪酸為基礎，諸如月桂酸、肉豆蔻酸、棕櫚酸、油酸、硬脂酸、蓖麻油酸、蘿酸或花生油酸、椰子脂肪酸、塔羅(talo)脂肪酸、黃豆脂肪酸及其等之氫化作用產物。

20 特別較佳之發泡助劑(II)係硫酸月桂酯鈉、磺酸基丁二醯胺類及硬脂酸銨類、及其等之混合物。

用於本發明之目的，增稠劑(III)係容許由 I-IV 構成之生成之混合物之黏度之調節之化合物，其具有對於本發明之發泡體之製

造及處理之結果之利益。適合之增稠劑係市售之增稠劑，諸如天然有機之增稠劑（例如糊精或澱粉）、以有機之方式修飾之天然物質（例如纖維素醚類或羥乙基纖維素）、完全經由有機合成而製備之增稠劑（例如聚丙烯酸類、聚乙烯基吡咯啉酮類、或聚(甲基)丙烯酸系化合物)、或聚胺甲酸乙酯類（締合增稠劑）、及無機增稠劑（例如膨土或矽石）。最好使用完全經由有機合成而製備之增稠劑。使用丙烯酸酯增稠劑，其於添加之前，倘若合適，則以水進一步稀釋，係特別較佳的。較佳之市售增稠劑之實例係 Mirox[®] AM (BGB Stockhausen GmbH, Krefeld, Germany)、Walocel[®] MT 6000 PV (Wolff Cellulosics GmbH & Co KG, Walsrode, Germany)、Rheolate[®] 255 (Elementies Specialities, Gent, Belgium)、Collacral[®] VL (BASF AG, Ludwigshafen, Germany)、Aristoflex[®] AVL (Clariant, Sulzbach, Germany)。

當作實例，於成分(IV)中存在之任何助劑及添加劑可係界面活性劑、磨擦蠟、內脫模劑、填充劑、染料、顏料、阻燃劑、水解安定劑、殺微生物劑、流動助劑、抗氧化劑（諸如2,6-二-第三丁基-4-甲基酚）、2-羥基苯基苯并三唑類型之紫外線吸收劑、或位阻苯胺光安定劑-化合物（HALS-compound）類型於氮原子上未經取代或經取代之光安定劑（實例係 Tinuvin[®] 292及 Tinuvin[®] 770 DF (Ciba Spezialitäten GmbH, Lampertheim, DE))、或其他市售之安定劑如於“Lichtschutzmittel für Lacke” [Light stabilizers for coatings] (A. Valet, Vincentz Verlag, Hanover, 1996, 及 “Stabilization of Polymeric Materials”(H. Zweifel, Springer Verlag, Berlin, 1997, Appendix 3, pp. 181-213)中以實例敘述者、或此等化合物之任何混合物。

發泡體之製造通常使用80至99.5重量%之聚胺甲酸乙酯分散液、0至10重量%之成分(II)、及0至10重量%之成分(III)，其中陳述之數量係以對應之無水之成分(I)至(III)計，及該等無水之個別成分之總量產生100重量%。

5 發泡體製造通常使用80至99.5重量%之聚胺甲酸乙酯分散液、0.1至10重量%之成分(II)、及0.1至10重量%之成分(III)，其中陳述之數量係以對應之無水之成分(I)至(III)計，及該等無水之個別成分之總量產生100重量%。

10 發泡體可係經由空氣之引進及/或連同曝露於適合之切力能量（例如機械攪拌）或者經由市售之發泡劑而製造。較佳者係空氣之引進連同曝露於適合之切力能量。

發泡之組成物可係以很寬廣種類之方法塗敷至很寬廣種類之表面，或於模中，實例係澆鑄、刮刀塗敷（doctor-application）、輥壓、展布、注射或噴霧；經由擠製方法而成形同樣係可能的。

15 雖然發泡之材料於乾燥之前之較佳之發泡體密度係200至900克/升，特定言之250至600克/升，但是生成之發泡體於乾燥之後之密度較佳地係50至700克/升，特別較佳地200至550克/升。

實質之乾燥係經由曝露於上述之頻率範圍內之微波輻射而發生。

20 於上述之頻率引進之功率較佳地係每公斤之受乾燥之發泡體之250至6,000瓦，特別較佳地500至4,000瓦。

此外，附隨著微波輻射之使用，亦使用由微波輻射與習用之熱乾燥構成之組合，該熱乾燥係經由使用紅外線輻射及/或熱空氣

以加熱受乾燥之發泡體。於此處兩種類型之乾燥是否彼此並行地或接續地使用，不是重要的。於經由微波輻射及熱處理之接續乾燥之案例中，最好首先經由微波輻射而進行乾燥，然後進行熱處理。

5 本發明之方法可產生發泡體均勻之乾燥至多50毫米之高度，其中術語高度係關於其中發泡體具有最小尺寸之空間方向。

本方法之一種較佳具體實施例乾燥至多30毫米之高度之發泡體片板，其可係經由澆鑄方法而製造。

10 同樣地較佳者係發泡體鏈狀物之乾燥，該發泡體鏈狀物較佳地係於擠製方法中獲得，其中該繩之高度及寬度係例如1至30毫米，較佳者係5至30毫米之高度及1至30毫米之寬度。

另外，較佳者係發泡體之乾燥，該等發泡體可係經由模澆鑄方法而獲得，其中發泡體關於高度、寬度及長度之各尺寸係1至30毫米。

15 本發明之發泡體亦可係以複數之層塗敷，例如用以製造特別高發泡體包覆料，塗敷至很寬廣種類之基板，或可係於模中澆鑄。

此外，本發明之發泡之組成物亦可係與其他背襯材料（例如織物背襯、紙、及其類似物）共同使用，例如經由先前之塗敷（例如塗布）。

20 當使用於乾燥之發泡體具有1至30毫米（較佳地1至20毫米）之高度時，達成最佳之乾燥結果，實例係可經由刮刀塗敷、澆鑄或擠製而製造之發泡體。

本發明之方法提供多種之新穎之塗敷方式之途徑，實例係用

於成形之澆鑄方法、及擠製之使用，倘若適合，則接著切割。此外，特別良好之發泡體係經由於粉末模（例如澱粉或砂石）中澆鑄未乾燥之發泡體，然後於微波中乾燥彼等而獲得。

為了製造相對地高之發泡體厚度，於複數之層中塗敷此等至很寬廣種類之基板、或於模中澆鑄彼等，亦係可能的。

【實施方式】

實例：

除非不同地表示，否則所有百分率係以重量計。

固體含量係根據DIN-EN ISO 3251測定。

除非明顯地不同地提及，否則NCO含量係根據DIN-EN ISO 11909以體積之方式測定。

使用之物質及縮語：

- 15 二胺基磺酸鹽： $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-SO}_3\text{Na}$ （於水中之45%強度）
- Desmophen[®] C2200：聚碳酸酯多元醇，OH值56毫克KOH/克，數目平均莫耳質量2,000克/莫耳（Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, DE）
- 20 PolyTHF[®] 2000：聚伸丁二醇多元醇，OH值56毫克KOH/克，數目平均莫耳質量2,000克/莫耳（BASF AG, Ludwigshafen, DE）
- PolyTHF[®] 1000：聚伸丁二醇多元醇，OH值112毫克KOH/

克，數目平均莫耳質量1,000克/莫耳
(BASF AG, Ludwigshafen, DE)

Polyether LB 25 : 以環氧乙烷/環氧丙烷為基礎之單官能之
聚醚，數目平均莫耳質量2,250克/莫耳，
OH值25毫克KOH/克 (Bayer Material
Science AG, Leverkusen, DE)

Stokal[®] STA : 於水中之30%之硬脂酸銨，泡沫安定劑
(Bozzetto GmbH, Krefeld, DE)

Aristoflex AVL : 聚合之磺酸與乳化劑於辛酸/癸酸三甘油
酯中之分散液 (Clariant, Muttenz,
Switzerland)

Loxanol K12P : 硫酸月桂酯鈉 (Cognis, Düsseldorf, DE)

聚胺甲酸乙酯分散液之平均粒子尺寸 (陳述之值係數目平
均) 係經由雷射關聯光譜學 (設備: Malvern Zetasizer 1000,
Malvern Inst. Limited) 而測定。

實例1：聚胺甲酸乙酯分散液 (成分 I)

將761.3克之Desmophen[®] C2200、987.0克之PolyTHF[®] 2000、
375.4克之PolyTHF[®] 1000及53.2克之Polyether LB 25加熱至70
°C。然後於5分鐘之期間內於70°C將由237.0克之二異氰酸六亞甲
酯及313.2克之異佛酮二異氰酸酯組成之混合物加入，及於回流下
攪拌該混合物，直到已達成理論之NCO值為止。將完成之預聚物
於50°C溶解於4,850克之丙酮中，然後於10分鐘之期間內將由1.8
克25.1克之伸乙二胺、61.7克之二胺基磺酸鹽、116.6克之異佛酮

二胺及1,030克之水組成之溶液計量入。繼續攪拌歷時10分鐘。然後分散液係經由1,061克之水之添加而達成。然後經由於真空中之蒸餾而移出溶劑，產生儲存安定之分散液，其之固體含量係60%。

5 實例2至7：本發明之發泡體之製造

將10,000克之自實例1獲得之分散液(I)與90克之Loxanol K12P(II)、150克之Stokal STA(II)、及150克之Aristoflex AVL(III)混合，然後經由空氣之引進連同Hansamix Top-Mix-K(Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE)之協助而發泡。生成之發泡體之密度係500克/升。該發泡體係以3、5、8、10、13及15毫米之層，以15厘米之寬度，塗敷於離型紙(VEZ Mat, Sappi, Brussels, Belgium)。最後，將生成之發泡體塗敷至多孔之織物(Sefar Propyltex 05-1000/45毫米網目寬度，Sefar GmbH, Wasserburg, Germany)及其置於一個來自EL-A Verfahrenstechnik(Heidelberg, DE)之MWT k/1,2-3 LK規則之實驗室微波系統之底座之上5厘米，及於30%功率水準乾燥歷時30分鐘(於最大功率：3.6千瓦)。

圖1係顯示，不論層厚度，受乾燥之發泡體於30分鐘之後具有固定之重量。於與濕發泡體材料之比較中，於此處產生之重量損失相當於以存在之水為基礎所預期之值。

20 實例8至13：比較實例

將10,000克之自實例1獲得之分散液(I)與90克之Loxanol

K12P (II)、150克之Stokal STA (III)、及150克之Aristoflex AVL (IV) 混合，然後經由空氣之引進連同Hansamix Top-Mix-K (Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE) 之協助而發泡。生成之發泡體之密度係500克/升。該發泡體係以3、5、8、10、13及15毫米之層，以15厘米之寬度，塗敷於離型紙 (VEZ Mat, Sappi, Brussels, Belgium)。然後，使用60°C (30分鐘)、90°C (30分鐘) 及110°C (15分鐘) 之溫度曲線 (profile)，於對流烘箱中乾燥該材料。

如自圖2可觀察到，除了於3毫米之層厚度外，相當不可能於75分鐘之後獲得乾燥之材料。於所有其他案例中，為了獲得固定之重量、或以水含量為基礎所預期之最後乾燥之發泡體重量，75分鐘是不足夠的。不論乾燥之程度，所有發泡體具有不規則之發泡體結構 (例如，孔隙及氣泡)。

實例14：本發明之實例 (擠製)

將10,000克之自實例1獲得之分散液 (I) 與90克之Loxanol K12P (III)、150克之Stokal STA (III)、及150克之Aristoflex AVL (IV) 混合，然後經由空氣之引進連同Hansamix Top-Mix-K (Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE) 之協助而發泡。生成之發泡體之密度係500克/升。然後將470克之該發泡之糊劑經由15毫米之直徑之管而以條狀塗敷於離型紙 (VEZ Mat, Sappi, Brussels, Belgium)，然後塗敷至多孔之織物 (Sefar Propyltex 05-1000/45毫米網目寬度，Sefar GmbH, Wasserburg, Germany) 及其置於一個來自EL-A Verfahrenstechnik (Heidelberg, DE) 之

MWT k/1,2-3 LK規則之實驗室微波系統之底座之上5厘米，及於30%功率水準乾燥歷時30分鐘（於最大功率：3.6千瓦）。

於此處測量之重量損失係188克（40重量%），相當於原來存在於發泡體中之水之數量。發泡體具有優良均勻之結構。

5 於本文中提及之所有文件係以提及之方式以相關於製造、使用或敘述本發明之程度併入。

【圖式簡單說明】

10 圖 1 係描述使用微波以乾燥不同厚度之發泡體時，重量損失隨時間變化之圖。

圖 2 係描述使用對流烘箱以乾燥不同厚度之發泡體時，重量損失隨時間變化之圖。

【主要元件符號說明】

15 無。

五、中文發明摘要：

本發明係關於發泡體藉由微波輻射之乾燥，及特定言之，其中該發泡體係自水性聚胺甲酸乙酯分散液（PU 分散液）獲得。

5

10 六、英文發明摘要：

The invention relates to the drying of foams by means of microwave radiation, and in particular, where the foams are obtained from aqueous polyurethane dispersions (PU dispersions).

十、申請專利範圍：

1. 一種用於乾燥發泡體之方法，其包含將水濕性發泡體經歷微波輻射。
2. 如請求項第 1 項之方法，其中受乾燥之該水濕性發泡體之含水量係 15 至 60 重量%。
3. 如請求項第 1 項之方法，其中該微波輻射包含電磁輻射，其頻率係於 2.0 至 3.0 GHz 或 0.8 至 1.5 GHz 之範圍內。
4. 如請求項第 1 項之方法，其中於藉由微波輻射之乾燥之前、或之後另外並行地進行熱乾燥。
5. 如請求項第 1 項之方法，其中受乾燥之該水濕性發泡體係藉由發泡，自水性聚胺甲酸乙酯分散液及視需要另外之成分而獲得。
6. 如請求項第 5 項之方法，其中該聚胺甲酸乙酯分散液係具有 40 至 63 重量%之固體含量之聚胺甲酸乙酯分散液或聚胺甲酸乙酯-聚脲分散液。
7. 如請求項第 5 項之方法，其中該聚胺甲酸乙酯分散液係經由：
 - A) 製備異氰酸酯-官能之預聚物，由下列構成：
 - a1) 脂族或環脂族聚異氰酸酯；
 - a2) 具有 400 至 8,000 克/莫耳之數目平均莫耳質量及 1.5 至 6 之 OH 官能度之聚合之多元醇；
 - a3) 倘若適合，羥基-官能、離子或潛在離子、及/或非離子

之親水化劑；

B) 然後使其自由態NCO基完全地或部分地與下列反應：

b1) 具有32至400克/莫耳之莫耳質量之胺基-官能之化合物；及/或

b2) 胺基-官能、離子或潛在離子之親水化劑；

使鏈伸長，及於階段 B)之前或之後，將該預聚物分散於水中而獲得，其中，視需要，存在之潛在離子基團係經由與中和劑之部分或完全之反應而轉化成為離子之形式。

8. 如請求項第 7 項之方法，其中於該聚胺甲酸乙酯分散液之製備之期間，該成分 a1)包含異佛酮二異氰酸酯及/或二異氰酸 1,6-六亞甲酯及/或異構之雙(4,4'-異氰醯基環己基)甲烷，係結合 a2)由聚碳酸酯多元醇與聚伸丁二醇多元醇構成之混合物。
9. 如請求項第 1 至 8 項中任一項之方法，其中該水濕性發泡體於乾燥前之發泡體密度係 250 至 600 克/升，及於乾燥後之發泡體密度係 200 至 550 克/升。
10. 如請求項第 1 項之方法，其中該水濕性發泡體係高度最多為 30 毫米之發泡體片板、高度為 5 至 30 毫米及寬度為 1 至 30 毫米之發泡體鏈狀物、或長度、寬度及高度之尺寸分別為 1 至 30 毫米之模製品。

十一、圖式：

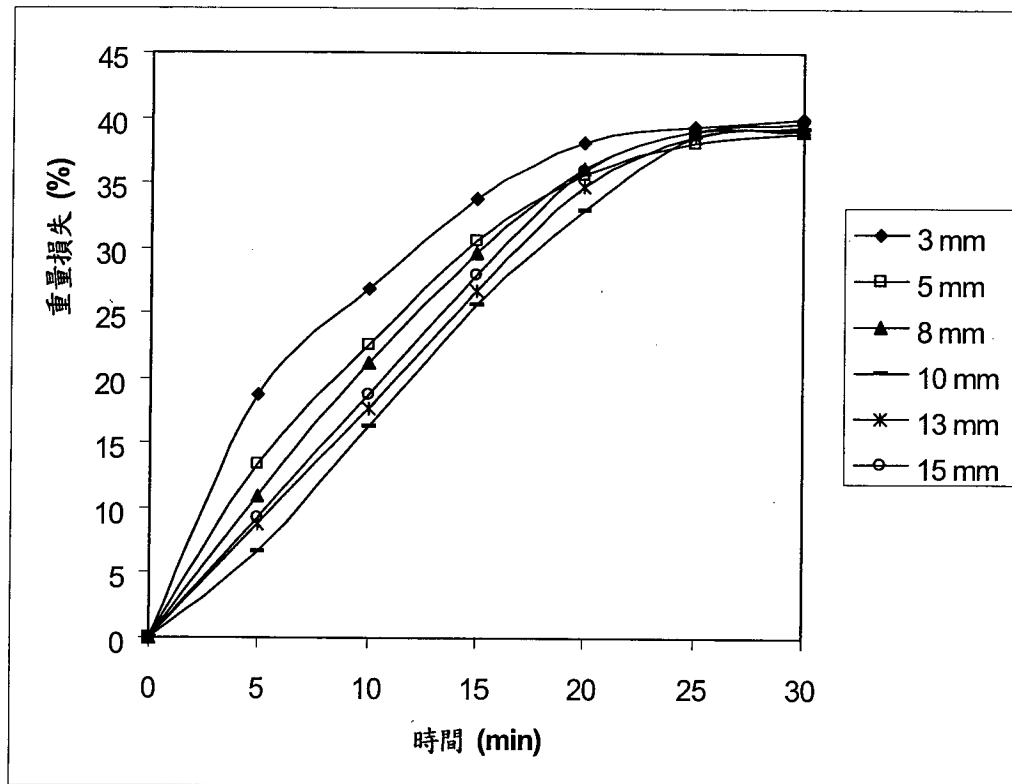


圖 1：於微波中乾燥之期間，依層厚度而異，重量損失相對於時間之函數作圖。

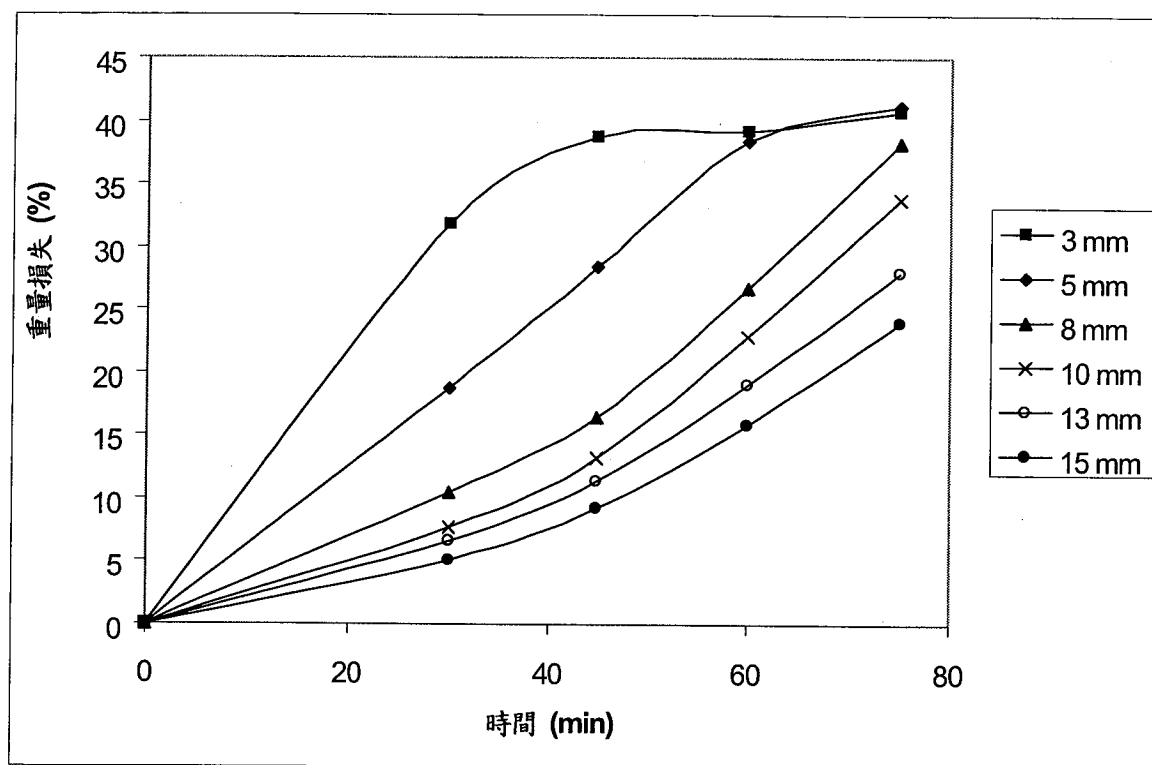


圖 2：於對流烘箱中乾燥之期間，依層厚度而異，重量損失相對於時間之函數作圖。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

5 無。

10

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

15

無。

20

25