



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 121311532 A

(43) 申请公布日 2026.01.09

(21) 申请号 202380098274.6

(22) 申请日 2023.12.18

(30) 优先权数据

63/505073 2023.05.31 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2025.11.14

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2023/084604 2023.12.18

(87) PCT国际申请的公布数据

W02024/248887 EN 2024.12.05

(71) 申请人 美国陶氏有机硅公司

地址 美国密歇根州

申请人 陶氏环球技术有限责任公司

(72) 发明人 C·F·戈兰 D·L·德莫迪

T·L·托姆恰克 王恩 粟生薰

J·瓦尔克 H·克雷默

S·克洛森斯

(74) 专利代理机构 北京泛华伟业知识产权代理

有限公司 11280

专利代理师 徐舒

(51) Int. Cl.

C08J 11/10 (2006.01)

C08J 11/24 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

用于改善可回收多元醇分散体的相稳定性的剪切方法

(57) 摘要

通过使用转子/定子或其他合适的装置剪切分散体来改善可回收多元醇分散体的相稳定性。剪切后,该可回收多元醇分散体具有较低的Lumisizer稳定指数(表明改善的相稳定性)。改善的储存稳定性导致该可回收多元醇分散体更容易储存、运输和使用。

1. 一种用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,所述方法包括以至少5500/s的平均剪切速率剪切所述起始可回收多元醇分散体并持续足以产生具有至多0.55的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

2. 一种用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,所述方法包括以至少5500/s的平均剪切速率剪切所述起始可回收多元醇分散体并持续0.05秒至5秒的时段。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述剪切期间的最小剪切速率为至少3,000/s。

4. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述平均剪切速率为10,000/s至50,000/s。

5. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述剪切持续0.05秒至5秒的时段。

6. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述剪切持续0.1秒至1秒的时段。

7. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述剪切持续足以产生具有至多0.45的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

8. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中在所述剪切期间执行1200至50,000的剪切功。

9. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中在所述剪切期间执行1500至12,000的剪切功。

10. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述剪切在不存在甲醇润湿性为甲醇润湿性为10%至60%的气相二氧化硅的情况下进行。

11. 一种用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,所述方法包括在提供至少 10^4 瓦功率/kg起始可回收材料的条件下在剪切设备中剪切所述起始可回收多元醇分散体,持续足以产生具有至多0.55的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

12. 根据任一前述权利要求所述的方法,其中所述起始可回收多元醇分散体包含连续液相,所述连续液相包含通过固体聚氨酯和/或聚氨酯-脲的化学溶解产生的可回收多元醇;和分散在组分a)中的固体颗粒,其中所述颗粒不溶于所述连续液相中并且含有一个或多个氨基甲酸酯、脲和/或酰亚胺基团,所述颗粒是通过所述固体聚氨酯和/或所述聚氨酯-脲的化学溶解形成的。

13. 根据权利要求12所述的方法,其中所述起始可回收多元醇是通过以下步骤产生的:在第一反应步骤中使聚氨酯和/或聚脲聚合物与酰亚胺前体和具有400g/mol至6000g/mol的数均分子量和2至4的羟基官能度的聚醚多元醇反应,然后在第二反应步骤中与具有至多250g/mol的式分子量的二醇或三醇反应以产生所述起始可回收多元醇分散体。

用于改善可回收多元醇分散体的相稳定性的剪切方法

[0001] 本发明涉及可回收多元醇分散体和用于改善其相稳定性的方法。

[0002] 聚氨酯可以经由各种化学溶解工艺分解成有用的多元醇产物。化学溶解工艺的示例包括水解、酸解和糖酵解工艺,其中水、羧酸(或等效地,羧酸酐)和“原始”多元醇分别用作试剂。化学溶解工艺通常包括糖酵解以及水解和/或酸解,该糖酵解以及水解和/或酸解可同时地、顺序地或部分同时地和部分顺序地进行。化学溶解工艺的产物通常是具有液体多元醇相和分散相的分散体,该液体多元醇相包括“可回收”多元醇,即作为分解反应产物的液体多元醇,该分散相包括小颗粒形式的固体低聚分解产物。在糖酵解工艺中形成的液体多元醇相除了可回收多元醇之外通常还含有原始多元醇。在这些化学溶解工艺中产生的分散体已被证明用于制备刚性聚氨酯泡沫和柔性聚氨酯泡沫。

[0003] 这些分散体的问题是它们往往不稳定。随着时间的推移,分散的固体倾向于在储存和运输设备中沉淀,甚至在泡沫生产设备线和混合头中沉淀。这导致了各种问题,诸如该分散体的组分不一致、使用该分散体制成的泡沫产品不一致以及设备污染。需要一种稳定分散体以减少沉降的方法。这种溶液优选地不干扰利用该分散体的聚氨酯发泡工艺,并且也优选地当该分散体用于制备聚氨酯泡沫时不会导致显著的不利影响。

[0004] 本发明是一种用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,该方法包括以至少5500/s的平均剪切速率剪切起始可回收多元醇分散体并持续足以产生具有至多0.55的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

[0005] 本发明还是用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,该方法包括以至少5500/s的平均剪切速率剪切起始可回收多元醇分散体并持续0.05秒至10秒的时段。

[0006] 本发明还是一种用于稳定具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数的起始可回收多元醇分散体的方法,该方法包括在提供至少 10^4 瓦功率/kg起始可回收材料的条件下在剪切设备中剪切起始可回收多元醇分散体,持续足以产生具有至多0.55的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

[0007] 令人惊讶地,已经发现剪切可回收多元醇分散体显著改善其相稳定性。

[0008] 如本文所用,“可回收多元醇分散体”是以下各项的混合物:(i)液体多元醇和(ii)含有一个或多个氨基甲酸酯、脲和/或酰亚胺基团的分散颗粒,该混合物是在聚氨酯和/或聚脲聚合物的化学溶解式分解中产生的。液体多元醇包括在化学溶解反应中由聚氨酯和/或聚脲聚合物再生的多元醇(“可回收多元醇”),并且通常还包括“原始”多元醇。“原始”多元醇是添加到化学溶解工艺中的多元醇,并且不包括聚氨酯和/或聚脲聚合物或它们的化学溶解产生的多元醇。含有氨基甲酸酯、脲和/或酰亚胺基团中的一者或多者的分散颗粒也是在聚氨酯和/或聚脲聚合物的化学溶解中生成的材料。

[0009] 液体多元醇可构成例如10重量%至100重量%,特别是20重量%至60重量%的可回收多元醇和对应的0重量%至90重量%,特别是40重量%至80重量%的原始多元醇。液体多元醇可包括例如原始聚醚多元醇,该原始聚醚多元醇具有(根据聚苯乙烯标准的凝胶渗透色谱法)

400g/mol至16,000g/mol,特别是400至4,000g/mol的数均分子量和2至8、2至6或2至4的羟基官能度。可回收多元醇还可包括一种或多种具有相似分子量和羟基官能度的聚醚多元醇。

[0010] 另选地或除此之外,液体多元醇可包括具有至多250g/mol或至多150g/mol的式分子量的短链二醇和/或短链三醇,包括例如乙二醇、二甘醇、丙二醇、二丙二醇、甘油、三羟甲基丙烷、三羟乙基丙烷等中的一者或多者。短链二醇和/或短链三醇可包含原始材料以及在化学溶解反应中形成的二醇和/或三醇。

[0011] 分散颗粒可构成例如起始可回收多元醇分散体的总重量的1%至60%,优选地5%至60%或10%至50%。在一些实施方案中,分散颗粒的至少一部分包含酰亚胺基团。酰亚胺基团可例如通过在化学溶解工艺中加入酰亚胺前体来形成,如下文更全面地描述的。分散颗粒通常具有至多50 μ m的粒度(D90)(即,90体积%的颗粒具有50 μ m或更小的粒度),如通过激光衍射,诸如根据ASTM E3340测量的。分散颗粒不溶于液体多元醇,并且不接枝或以其他方式化学键合到液体多元醇。

[0012] 起始可回收多元醇分散体具有至少0.60的Lumisizer不稳定指数(或简称为“不稳定指数”)。起始可回收多元醇分散体的不稳定指数可以为至少0.65、至少0.70或至少0.75。较低的不稳定指数值表明较高的稳定性,即较少的颗粒沉降。根据ISO 13318-2(2007)或等效方法确定不稳定指数。不稳定指数可使用LUMiSizer 6110-77仪器(LUM GmbH)通过以4000rpm的速率离心材料5小时来确定。同一供应商(SEPView Explorer,LUM GmbH)提供的软件包可用于计算不稳定指数。

[0013] 在一些实施方案中,起始可回收多元醇分散体具有20mg KOH/g至650mg KOH/g,特别是25mg KOH/g至500mg KOH/g的(根据ASTM D4274 D的)羟值;每克1毫当量或更低,特别是每克0.5毫当量或更低的总碱度(ASTM D6979);和20mg KOH/g或更低、特别是5mg KOH/g或更低的酸值(DIN53402)。稳定的可回收多元醇分散体通常具有与起始可回收多元醇分散体相似的羟值和酸值。

[0014] 所谓“化学溶解”或“化学溶解式分解”是指通过化学手段分解聚氨酯和/或聚脲聚合物。“化学溶解”中包括所谓的“糖醇解”,其中多元醇与该聚氨酯和/或聚脲聚合物反应以分解该聚合物;水解,其中水是分解该聚合物的试剂;酸解,其中布朗斯特酸,特别是二酸(诸如二羧酸或等效地,羧酸酐)被用作分解剂;和氨解,其中伯胺化合物或仲胺化合物是分解剂。化学溶解可能包括这些分解方法中的多个分解方法。例如,可对聚氨酯和/或聚脲聚合物进行以下各项来产生可回收多元醇分散体:糖醇解与酸解、糖醇解与水解、糖醇解与氨解、糖醇解、酸解与水解,甚至糖醇解、酸解、氨解与水解。

[0015] 用于产生起始可回收多元醇分散体的化学溶解工艺是众所周知的。例如,美国专利2,937,151中描述了一种醇解(有时被称为“糖醇解”)工艺。美国专利3,109,824中描述了一种酸解工艺。美国专利3,404,103中描述了一种氨解工艺。这些工艺中的任何一者都适用于生产本发明中所用的起始可回收多元醇分散体。

[0016] 其他合适的化学溶解工艺包括美国专利5,357,006中所述的工艺,其中将单官能缩水甘油醚加入糖醇解工艺中以降低可回收多元醇分散体的胺值,以及美国专利5,763,692中所述工艺,其中在糖醇解工艺中添加环状碳酸酯以达到相同的效果。据信,单官能缩水甘油醚和环状碳酸酯与糖醇解分解产生的分散颗粒上的胺基基团反应,以“覆盖”链端。

[0017] 特别优选的化学溶解工艺是糖酵解/酸解工艺,在该糖酵解/酸解工艺中,聚氨酯和/或聚脲聚合物与多元醇和酰亚胺前体反应以产生可回收多元醇分散体。美国专利11,124,623中描述了这种工艺的一个示例。在该工艺中,在第一反应步骤中,聚氨酯和/或聚脲聚合物与酰亚胺前体和具有400g/mol至6000g/mol的数均分子量(通过凝胶渗透色谱法测定)和2至4的羟基官能度的聚醚多元醇反应,然后在第二反应步骤中与短链二醇或短链三醇(式分子量250g/mol或更低,优选地150g/mol或更低)反应,以产生可回收多元醇分散体。“酰亚胺前体”是一种在化学溶解工艺期间反应以在化学溶解反应(通常通过与伯氨基基团反应)中产生的分散固体颗粒上产生酰亚胺基基团的材料。酰亚胺前体包括具有两个或更多个羧基基团的化合物,其中至少一对羧基基团相对于彼此位于1,2-位,以及对应的羧酸酐。酰亚胺前体可以是,例如马来酸、苹果酸、邻苯二甲酸、己二酸、琥珀酸、戊二酸、二卤代邻苯二甲酸和/或四卤代邻苯二甲酸、偏苯三酸以及它们的对应酸酐中的任何一者或多者。在该工艺中产生含酰亚胺的颗粒。第一步骤中的反应温度可以在170至210°C的范围内,并且第二步骤中的反应温度可以在180至230°C的范围内。通过在自由基引发剂(诸如过氧化物化合物、过酯化合物或偶氮化合物)的存在下进行反应来催化糖酵解/酸解。

[0018] 起始聚氨酯和/或聚脲聚合物的特征在于具有氨基甲酸酯基团、脲基团或氨基甲酸酯基团和脲基团。它可能含有由异氰酸酯(诸如缩二脲、碳二亚胺、脲酸酯、异氰脲酸酯等)的反应形成的其他基团。优选的聚氨酯和/或聚脲聚合物包括聚醚链,特别是均聚1,2-环氧丙烷、均聚环氧乙烷、均聚1,2-环氧丁烷和/或均聚2,3-环氧丁烷、均聚四氢呋喃的链,或者环氧乙烷、1,2-环氧丙烷、1,2-氧化丁烯或2,3-氧化丁烯和四氢呋喃中的任何两者或更多者的(例如无规和/或嵌段)共聚物。聚氨酯和/或聚脲聚合物可以是无孔的、微孔的或多孔的。

[0019] 优选地,聚氨酯和/或聚脲聚合物是或者包括消费后废物和/或废聚氨酯(诸如来自聚氨酯泡沫制造设施或将聚氨酯泡沫制造成消费品的设施的废料)。最优选地,聚氨酯和/或聚脲聚合物是或者包括消费后柔性聚氨酯泡沫或废弃柔性聚氨酯泡沫。废弃床垫是消费后柔性聚氨酯泡沫的丰富来源,其用于生产可回收多元醇分散体。通常,将聚氨酯和/或聚脲聚合物切成小块进行化学溶解。

[0020] 在本发明的一个方面,通过以至少5,500/s的平均剪切速率剪切起始可回收多元醇分散体来使其稳定。平均剪切速率可以是至少10,000/s或至少15,000/s,并且可以是例如至多100,000/s、至多75,000/s或至多50,000/s。剪切步骤期间的最小剪切速率优选为至少3,000/s,条件是平均剪切速率为至少5,500/s。起始可回收多元醇分散体经受前述剪切条件的时间可以是例如至少0.05秒或至少0.1秒,并且可以是例如至多10秒、至多5秒、至多1秒或至多0.5秒。更一般地,以这样的剪切速率继续剪切并持续足以产生具有至多0.55,优选地至多0.50或至多0.45的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。对起始可回收分散体进行的剪切功(无单位值)可以是例如至少1200、至少1500,并且可以是例如至多50,000、至多25,000或至多12,000。剪切可以在能够产生必要剪切的各种类型的设备中进行,包括例如由IKA Works, Inc. (Wilmington, Delaware US)、Silverson Machines, Ltd. (Chesham, England)销售的转子/定子类型;声波和超声波混合器,诸如Sonolator® (Sonic Corporation, Stratford CT, USA)和由Hielscher Ultrasonics GmbH (Teltow, Germany)销售的UIP系列超声发生器;研磨装置,诸如珠磨机(如W02004/

020532中所述)等。处于室温或室温附近的温度(诸如15°C至35°C)是完全合适的,尽管可以使用例如>35°C至80°C的升高的温度。

[0021] 在本发明的另一个方面,在向起始可回收材料提供至少 10^4 瓦功率/kg起始可回收材料的条件下,在剪切设备(诸如超声发生器)中剪切起始可回收多元醇分散体,持续足以产生具有至多0.55的Lumisizer不稳定指数的稳定的可回收多元醇分散体的时间段。

[0022] 剪切步骤优选地在不存在甲醇润湿性为甲醇润湿性为10%至60%的气相二氧化硅的情况下进行。通过称量0.2g气相二氧化硅并将其添加到20g去离子水中,然后在高速实验室混合器上搅拌1分钟来测量甲醇润湿性。然后目视检查混合物,以查看气相二氧化硅是否均匀分散在液体中。如果是,甲醇润湿性为0。如果不是,则以增量方式添加甲醇,每次增量将甲醇在甲醇/水混合物中的比例增加5重量%(即,至5/95、10/90、15/85等)。每次添加增量的甲醇后,再次在高速实验室混合器上搅拌混合物1分钟,然后目视检查均匀性。在该测试中产生均匀分散体的甲醇的最低重量百分比是甲醇润湿性值。剪切步骤可以在不存在任何类型的气相二氧化硅的情况下进行。

[0023] 所得稳定的可回收多元醇分散体优选地在23°C处相稳定至少1个月,更优选地至少3个月,并且还优选地在50°C处相稳定至少一周。通过使样品在静止条件(即,不搅拌)下在指定温度下静置指定时间来评价相稳定性。如果在指定时间结束时没有可见的沉淀存在,则认为可回收多元醇分散体是相稳定的。

[0024] 本发明的一个优点是在不会显著增加粘度的情况下实现了相稳定性的显著改善。在剪切步骤之后经常看到粘度的下降。优选地,当使用具有1.2mm间隙的25mm平行板流变仪在25°C和 0.1秒^{-1} 的剪切速率处测量时,稳定的可回收多元醇分散体的粘度不大于起始可回收多元醇分散体的粘度。更优选地,稳定的可回收多元醇分散体的粘度不大于起始可回收多元醇分散体的粘度的0.85倍,或不大于0.75倍。在绝对意义上,在一些实施方案中在上述条件下测量的稳定的可回收多元醇分散体的粘度不大于 $20\text{Pa}\cdot\text{s}$ 、不大于 $15\text{Pa}\cdot\text{s}$ 或不大于 $10\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。

[0025] 稳定的可回收多元醇分散体可用于通过与多异氰酸酯反应制备各种类型的聚氨酯,特别是刚性聚氨酯泡沫、半刚性聚氨酯泡沫和/或柔性聚氨酯泡沫。一般来说,将稳定的可回收多元醇分散体与多异氰酸酯组合形成反应混合物,然后固化形成聚氨酯。固化通常是自发性的,即使当稳定的可回收多元醇分散体与多异氰酸酯在大约室温处组合时也是如此。然而,如果需要,可使用催化剂和/或升高的固化温度来调节固化速率。可在模具中进行固化;如果需要,可以自由发泡工艺制备聚氨酯泡沫,在该自由发泡工艺中,泡沫制剂被分配到开口槽或开口箱中,并允许在无垂直约束的情况下上升。反应混合物中可能存在多种其他成分,包含例如:

[0026] A) 附加多元醇(诸如聚醚和/或聚酯多元醇),该附加多元醇具有375mg KOH/g或更低的羟值并且每个分子1至8个羟基基团;

[0027] B) 具有每个分子2至4个羟基基团和376至1870的羟值的短链多元醇;

[0028] C) 氨基醇,诸如二乙醇胺、单乙醇胺和三乙醇胺;

[0029] D) 胺封端的聚醚;

[0030] E) 发泡剂,该发泡剂包括诸如水等化学发泡剂和各种类型的物理发泡剂;

[0031] F) 催化剂,该催化剂包括异氰酸酯基团与醇反应的催化剂、异氰酸酯基团与水反

应的催化剂和异氰酸酯三聚催化剂；

[0032] G) 表面活性剂, 该表面活性剂包括可用于制备聚氨酯泡沫的泡沫稳定表面活性剂；

[0033] H) 着色剂、填料和其他颗粒；

[0034] I) 增强纤维；

[0035] J) 防腐剂, 诸如抗微生物剂、杀菌剂、抗氧化剂；

[0036] K) “冷触”添加剂, 诸如封装相变材料；

[0037] 和如可用于制备各种类型的聚氨酯的其他添加剂。

[0038] 例如, 在美国专利3,632,707、4,350,778、7,704,410、4,970,243、5,157,056、5,582,840和6,005,016以及美国公开专利申请2020/0040153等中描述了用于制备各种类型的聚氨酯的合适方法。一般来说, 本发明的稳定多元醇分散体可以与具有类似羟基官能度和等效重量的常规多元醇相同的一般方式使用。

[0039] 在以下示例中, 除非另有指示, 否则所有份数和百分比均按重量计。

[0040] 在以下示例中使用的起始可回收多元醇分散体 (RPD) 是根据美国专利11,224,623中描述的一般方法通过聚氨酯泡沫废料的化学溶解 (糖酵解和酸解) 产生的。起始RPD具有液体多元醇相, 该液体多元醇相包括原始多元醇和通过聚氨酯泡沫废料的化学溶解产生的可回收多元醇, 以及通过聚氨酯泡沫废料的化学溶解产生的分散的固体颗粒。分散的固体颗粒含有酰亚胺基团以及氨基甲酸酯和/或脲基团。

[0041] 在比较样品A和实施例1-7中使用的起始RPD含有13.5重量%的分散颗粒。其密度为大约1100kg/m³。为了制备比较样品A, 将该起始RPD的一部分加热至60°C, 并在不施加剪切的情况下以50克/分钟的流速通过4” (10.16cm) IKA工艺中试混合器进行处理。实施例1至7是通过在60°C处以如表3所示的流速和旋转速度通过相同的混合器处理起始RPD的一部分来制备的, 以产生也如表3所示的剪切速率和剪切功。

[0042] IKA工艺中试混合器配备有3个混合器级 (发生器), 每个混合器级配有具有以下尺寸的多个转子/定子排和槽:

表 1-转子/定子几何形状

混合器级	排	转子直径, m	剪切间隙, m	#槽	槽高度, mm	槽宽度, mm	总槽体积, mm ³
[0043] 1	1	0.047	0.0005	9	3.5	1.575	24.81
1	2	0.057	0.0005	9	3.5	1.575	24.81
2	1	0.037	0.0005	13	3.5	0.965	21.95
2	2	0.047	0.0005	13	3.5	0.965	21.95
2	3	0.057	0.0005	13	3.5	0.964	21.95
3	1	0.0345	0.0005	22	3.5	0.72	27.72
3	2	0.043	0.0005	22	3.5	0.72	27.72
3	3	0.052	0.0005	22	3.5	0.72	27.72
3	4	0.060	0.0005	22	3.5	0.72	27.72

[0044] 在每排转子/定子中的停留时间计算为总槽体积除以流速(以 mm^3/s 为单位)。以 m/s 为单位的转子尖端速度计算为 $\pi \times$ 转子直径 \times 每秒转数。每排中的剪切速率计算为转子尖端速度除以剪切间隙。每排中的剪切功计算为剪切速率 \times 停留时间。平均剪切速率是每排中的剪切速率的算术平均值。总剪切功是每排中的剪切功的总和。

[0045] 在实施例1中,将分散体以50克/分钟或 $759.6\text{mm}^3/\text{s}$ 的速率进料通过转子/定子混合器。转子的旋转速度为1174rpm,或19.57转/秒。各排中的剪切速率和剪切功如下:

表 2-实施例 1 每排的剪切速率和剪切功

层级/排	停留时间, s	尖端速度, m/s	剪切速率, s^{-1}	剪切功
1/1	0.0327	2.9	5778	188.7
1/2	0.0327	3.5	7008	228.8
2/1	0.0289	2.3	4549	131.5
2/2	0.0289	2.9	5778	167.0
2/3	0.0289	3.5	7008	202.5
[0046] 3/1	0.0365	2.1	4242	154.8
3/2	0.0365	2.6	5285	192.9
3/3	0.0365	3.2	6393	233.3
3/4	0.0365	3.7	7376	269.2
平均剪切速率				5935s^{-1}
总剪切功				1769
总停留时间				0.298s

[0047] 以相同的方式,测定实施例1-7中的每个实施例的最小、平均和峰值剪切速率。以ISO 13318-2(2007)所述的方式测定实施例1-7中的每个实施例(和比较样品A)的Lumisizer不稳定指数。此外,通过将样品置于封闭的透明容器中并使容器在20-25 $^{\circ}\text{C}$ 处静置3个月来主观评价相稳定性。目视检查老化的样品以观察是否发生颗粒沉降。结果如表3所指示。

表 3

样品	流速, mm ³ /s	转子 速 度, s ⁻¹	剪切速率, s ⁻¹			剪切 功	不稳定 指数	相稳 定性
			最小 值	平均 值	峰值			
A*	759.6	0	0	0	0	0	0.083	< 1 个月
[0048] 1	759.6	1174	4241	5935	7376	1769	0.051	> 3 个月
2	759.6	2051	7410	10369	12887	3090	0.043	> 3 个月
3	759.6	3094	11178	15642	19440	4661	0.045	> 3 个月
4	759.6	5056	18266	25561	31768	7617	0.039	> 3 个月
5	759.6	7695	27801	38903	48349	11592	0.034	> 3 个月
6	1899	3094	11178	15642	19440	1864	0.049	> 3 个月
7	1899	7690	27783	38878	48318	4634	0.038	> 3 个月

* 并非本发明的实施例。

[0049] 在比较样品B-D和实施例8中使用的起始RPD含有16.8重量%的分散颗粒。其密度为大约1100kg/m³。为了制备比较样品B,将该起始RPD的一部分加热至60°C,并在不施加剪切的情况下以50克/分钟的流速推动通过相同的转子/定子混合器。通过以流速,以如表4所示

的转子/定子旋转速率使相同的起始RPD在60°C处通过相同的混合器来制备比较样品C和D以及实施例8。

表 4

样品	流 速, mm ³ /s	转子 速 度, s ⁻¹	剪切速率, s ⁻¹			剪切 功	不稳 定指 数	储存 稳定 性
			最小 值	平均 值	峰值			
B*	759.6	0	0	0	0	0	0.074	< 1 个 月
C*	759.6	799	2887	4038	5020	1204	0.062	< 1 个 月
D*	1929	1021	3689	5162	6415	606	0.061	< 1 个 月
8	729.3	7721	27895	39035	48512	12116	0.037	> 1 个 月

* 并非本发明的实施例。

[0051] 在25°C处使用具有1.2mm间隙的25mm平行板流变仪以0.1s⁻¹和100s⁻¹的剪切速率测量某些经处理的RPD的粘度。结果如表5所指示。

表 5

样品	粘度, Pa·s	
	0.1s ⁻¹	100s ⁻¹
A*	16	4.7
5	9.7	4.2
B*	6.1	5.1
C*	5.1	5.0
D*	4.0	4.2
8	6.0	5.6

[0052]

* 并非本发明的实施例。

[0053] 使用Beckman Coulter LS 13 320激光衍射粒度分析仪测量比较样品A-D和实施例1-8的粒度。通过首先在异丙醇中稀释样品来进行粒度测量。D10、D90、D32和D43粒度如表6所示。X的D10粒度表示10体积%的颗粒具有等于或小于X的粒度。D32粒度是Sauter平均直径；D43是De Broukere平均值。

表 6

名称	D10, μm	D90, μm	D32, μm	D43, μm
A*	2.90	40.1	35.1	37.7
1	1.97	36.4	32.4	35.3
2	1.81	32.3	29.6	32.9
3	1.62	20.6	23.3	27.5
4	1.71	25.5	26.2	30.0
5	1.82	16.9	17.7	20.9
6	1.83	30.5	28.8	32.6
7	1.99	32.8	30.0	33.3
B*	2.17	37.6	33.8	36.1
C*	2.20	35.8	31.9	34.4
D*	2.08	35.1	31.5	34.2
8	1.57	31.1	28.4	31.0

[0054]

* 不是本发明的实施例。