



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107090075 A

(43)申请公布日 2017.08.25

(21)申请号 201710140371.3

C09K 5/06(2006.01)

(22)申请日 2017.01.23

(30)优先权数据

16000169.9 2016.01.25 EP

(71)申请人 意大利凝胶技术有限公司

地址 意大利维琴察

(72)发明人 M·梅森

(74)专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

72002

代理人 柴丽敏

(51)Int.Cl.

C08G 18/76(2006.01)

C08G 18/73(2006.01)

C08G 18/48(2006.01)

C08K 5/101(2006.01)

权利要求书2页 说明书17页 附图3页

(54)发明名称

温度调节聚氨酯凝胶

(57)摘要

本发明公开了一种制备温度调节聚氨酯凝胶组合物的方法及相应制品，所述聚氨酯凝胶组合物包括作为相变材料(PCM)的脂肪酸酯，所述脂肪酸酯未经封装而直接引入到聚氨酯凝胶的液相中。液态的或熔融的PCM溶解在凝胶的多元醇组分中，并能在凝胶结构中可逆地结晶和熔融。适用于本发明的聚氨酯凝胶未充分交联并包括理论上至少为三官能度的含有环氧乙烷的环氧烷烃聚醚多元醇，其中具有0到40wt.%的EO，以及有效官能度为1.5-3.5的异氰酸酯。该凝胶可用于其中凝胶可放置成密切接触人体的制品以作为温度调节之用，尤其用于改善人们休息时的睡眠舒适性。

1. 制备包含相变材料(PCM)的温度调节聚氨酯凝胶组合物的方法,其中相变材料(PCM)不经过封装直接引入至聚氨酯凝胶的液相中,其特征在于以下步骤:

(1) 选择和提供多元醇组分和异氰酸酯组分用来制备聚氨酯凝胶,其中用来膨胀凝胶网络的流体由所述多元醇组分提供,其中所述异氰酸酯组分包括一种或多种异氰酸酯,其反应性官能度为1.5到3.5,其中所述多元醇组分包含一种或多种具有理论上至少为三官能度的含有环氧乙烷的环氧烷烃聚醚多元醇,其具有0到40wt.%环氧乙烷(EO);

(2) 提供液态的或熔融的PCM以达到预期的温度调节范围,其中PCM选自脂肪酸酯及其混合物;

(3) 在均为液态的状态下混合所述多元醇组分和PCM以获得组分之间完全混溶并且不产生相分离的单相;和

(4) 使所述单相的多元醇组分PCM混合物与所述异氰酸酯组分反应,以形成温度调节聚氨酯凝胶组合物。

2. 根据权利要求1的方法,其特征在于:在多元醇组分中存在含量为至少60重量%的具有0到40重量%的环氧乙烷的环氧烷烃/环氧乙烷-聚醚多元醇。

3. 根据权利要求1或2的方法,其特征在于:所述环氧烷烃聚醚多元醇是环氧丙烷/环氧乙烷-聚醚多元醇,其分子量高于1900。

4. 根据权利要求1-3任一项的方法,其特征在于:所述聚醚多元醇包括按环氧乙烷重量计为10-25重量%含量的环氧乙烷。

5. 根据权利要求1-4任一项的方法,其特征在于:所述凝胶成分的异氰酸酯指数为20到75。

6. 根据权利要求1-5任一项的方法,其特征在于:所述凝胶组合物在高压注塑成型机中成型,以形成模塑的温度调节凝胶产品。

7. 根据权利要求6的方法,其特征在于:所述模具带有衬层,优选为聚合物膜,其形成模塑凝胶产品的覆盖层。

8. 根据权利要求1-7任一项的方法得到的温度调节聚氨酯凝胶组合物,其包括选自脂肪酸酯及其混合物的非渗出PCM,所述非渗出PCM直接被引入聚氨酯凝胶组合物的多元醇分散相中。

9. 根据权利要求8的温度调节聚氨酯凝胶组合物,其特征在于:相变温度,即熔融温度和结晶温度,均处于-20℃到+50℃之间,优选22℃到38℃之间。

10. 根据权利要求8或9的温度调节聚氨酯凝胶组合物,其特征在于:所述组合物被覆盖层覆盖或封闭在外壳中,所述聚合物层或外壳优选由聚合物薄膜、织物或网制成。

11. 根据权利要求8-10任一项的温度调节聚氨酯凝胶组合物,其特征在于:所述组合物被形成制品,尤其是通过浇铸形成层、通过模塑成型、或喷射到支撑物上,优选喷射到织物上以形成织物配件。

12. 包含根据权利要求8-11任一项的温度调节聚氨酯凝胶组合物的制品。

13. 根据权利要求12的制品,其特征在于:所述凝胶组合物与至少一种其它材料结合,所述其它材料优选选自泡沫材料、热塑性材料、硬质材料、弹性材料和热塑性弹性体,优选聚氨酯基,以及织物、天然室内装璜材料、纸、纸板、木材、金属和玻璃,以形成复合制品。

14. 根据权利要求12或13的制品,其特征在于:所述制品整体被覆盖层覆盖或封闭在外

壳中,所述覆盖层或外壳优选由聚合物薄膜、织物或网制得。

15.根据权利要求12-14任一项的制品,其特征在于:所述制品为身体支持物、垫子、床上用品、枕头、衬垫,并优选床垫;矫形制品,优选衬垫或敷布;衬垫或袋,优选用于座椅,特别是自行车座椅,用于靠背和扶手;容器;包;夹套;建筑元件;电子外壳;层合或涂覆织物。

16.根据权利要求12-15任一项的制品,其特征在于:引入多于一种的聚氨酯凝胶组合物,其中这些组合物在PCM用量和/或相变温度上有所不同。

17.根据权利要求12-16任一项的制品,其用于人体与所述聚氨酯凝胶组合物相接触部位的温度调节,取决于身体生产或需求的热量,所述聚氨酯凝胶组合物能够从身体吸收热量和对身体释放热量,其特征在于:相变温度,即熔融温度和结晶温度,均处于22℃到38℃之间,优选用于与睡眠舒适相关的应用。

18.根据权利要求8-11任一项的温度调节凝胶组合物或权利要求12-17任一项的制品从环境吸收热量和对环境释放热量的用途,其中的相变温度,即熔融温度和结晶温度,均处于-20℃到+50℃之间,优选22℃到38℃之间。

温度调节聚氨酯凝胶

技术领域

[0001] 本发明涉及制备温度调节聚氨酯凝胶组合物的方法,该组合物包括相变材料(PCM),其未经封装而被直接引入聚氨酯凝胶的分散相中,由所述方法得到的温度调节聚氨酯凝胶以及含有所述聚氨酯凝胶的相关制品,其中该凝胶用于实现优选与身体应用及针对睡眠舒适的应用密切相关的温度调节作用。

背景技术

[0002] 聚氨酯凝胶通常用于压力分散目的,例如在床垫、抗疲劳垫、鞍座、压力分散垫等方面的应用。

[0003] 根据IUPAC术语的定义,凝胶被定义为“贯穿整个体积被流体膨胀的非流体聚合物网络”,一种所谓的膨胀剂或扩张剂。流体(非连续相、分散相、分散剂或流体相)可以是物理地或化学地键合在网络(网络相,连续相)中,该网络可以进行物理地或化学地交联。在聚氨酯凝胶(PU-gel)中,交联的聚氨酯骨架构成了连续相。凝胶的内在物理特性使得它能用增加的接触表面支持使用者。由于该材料可以在任何方向移动而没有不可逆的流动,因此可以分散重量以避免不适和压痕。

[0004] EP 57838 (**burgdörfer**等)、EP 511570 (**Schäpel**等) 和US 4404296 (**Schäpel**) 公开了为上述目的而开发的聚氨酯凝胶。在这些凝胶中,形成聚氨酯的多元醇不仅作为反应物,而且也作为液体分散剂或“膨胀流体”,从而构成了膨胀聚氨酯网络的聚氨酯凝胶的流体相。

[0005] EP 2789 270 A1 (**Losio**等)、WO 2013/076661 A1 (**Mason**) 和US2013/0000045A1 (**Losio**) 公开了垫料产品和支持件,其包括具有上层凝胶结构的床垫,由于有利的缓冲和适应性,从而提供了具有高用户舒适性的休息表面。

[0006] 除了上述聚氨酯凝胶完美提供的缓冲和最佳压力分配,还被期待有令人满意的热控制,因为聚氨酯凝胶可以为用户提供冷却或加热效果。此外,聚氨酯和其他聚合物凝胶本身不允许空气循环。在仅很短时间后,发自身体的热流就会停止,例如在鞋、矫形设备或其他或多或少封闭的环境中。用户可能会因而感到不舒服和出汗。US 2003/0088019 A1 (**Pause**等) 公开了试图解决这个问题的一种尝试,其中聚氨酯凝胶材料包括细分散的相变材料(PCM)。

[0007] 将在相变过程中从环境吸收和存储大量热的材料引入到在相同的温度范围内不改变物理状态的基质中,会导致适应气候或温度缓冲的效果。产品的机械性能和其他性能应由基质决定,而温度控制是由PCM性能驱动。然而,可能存在这样的缺陷,例如基质中有限的PCM吸收、基质重要性能的变化或损失、以及在产品使用期限内因渗出导致的PCM损失。在后一种情况下,PCM的封装可能是必要的,从而阻止其从基质中泄露。基质中夹带的相变材料所带来的效果目前被用于各种各样的应用——尤其在功能性织物、骨科和运动器材如滑雪靴、缓冲物和鞋垫、以及床上用品和建筑材料,如墙或地板。

[0008] 一般来说,从固态到液态的相转变发生在加热过程中达到熔融温度时。在该熔融

过程中,PCM吸收和存储大量的潜热。需要至少160J/g以在聚合物基质中产生明显的效果。在整个过程中,PCM的温度几乎保持不变。在随后的冷却过程中,存储的热量再次从PCM释放到环境中,同时会发生从液态到固态的反向相转变,即结晶。在这个过程中,PCM的温度再次保持恒定,对装备有PCM的整个设备或产品存在气候和温度控制效果。

[0009] 根据需要对每种应用的相变温度范围进行调整,例如在室温下、在体温下、在某种气候控制温度下、理想的冷却温度下等。在大多数情况下,一种应用所需的熔点借助于PCM混合物来实现。

[0010] 尽管大量的PCM混合物可通过市售获得,并且所有这些材料已得到了详细地研究,但是PCM混合物在聚合物基质中的性能仍然是不可预见的。在超过足够数量的循环后,一些相变往往是不可逆的或不完全可逆的。

[0011] 对于大多数PCM来说,熔融温度T_m和结晶温度T_c之间存在间距,这是很不希望的。这种现象被称为过度冷却(supercooling)或过冷(undercooling)。它发生在液体被冷却至低于其熔点而没有成为固体时。在最坏的情况下,过冷效应会恶化所希望的温度补偿和调节。

[0012] 烃和脂肪是相变材料中的一个重要组。由于它们的低成本和低毒性,它们是最常用的。石蜡已被证明是特别有用的,因为其容易获得相变范围。石蜡混合物满足任何约0-300°C的PCM温度要求且很少或没有过冷效应。这似乎取决于一致的分子特性,特别是相对于混合物而言。

[0013] US 2003/0088019 A1 (Pause等)公开了将饱和烃或脂肪作为PCM引入到由聚氨酯凝胶制成的减震或缓冲材料中。当在例如鞋底、自行车座椅、椅子坐垫、床垫等制品中使用这种凝胶材料时,就提高了舒适性。石蜡没有封装而直接加入到聚氨酯基体中,因为封装会严重减缓和恶化热传递。此外,封装是昂贵的,并且封装物在软聚氨酯凝胶中会被磨损而破裂。根据US 2003/0088019 A1中描述的概念,非极性PCM在更极性的聚氨酯体系中被彻底乳化,优选在极性多元醇成分中,并在基质内夹杂于精细分散的液滴中。不幸的是,石蜡和脂肪往往会被从聚氨酯中渗出,产生脂肪或油性表面,从而缩短了使用PCM的产品的寿命。此外,还可能丧失粘性,而粘性对于某些应用是重要性能。应当可以预期聚氨酯凝胶中所夹杂材料的渗出,因为US 4 404 296 (**Schäpel**)公开了将这些凝胶作为活性成分释放组合物使用。

[0014] 市售的另一重要类型的固-液相变材料包括脂肪酸和脂肪酸酯。后者可用于大约-50°C至大约+100°C之间的相变范围,并很容易以任何比例混入,以达到某种应用所需要的预期相变行为。然而,脂肪酸和脂肪酸酯彼此之间不像石蜡那样相容,容易表现出混溶间隙和过冷倾向。因此,在大多数情况下,无法预期脂肪酸酯PCM在特定的聚合物基质中是否有效,以及材料是否会呈现实质性的、小的或没有过冷效应。对于同样的PCM,不同的基体聚合物可能产生不同的过冷行为。另一方面,即使是类似的PCM,也会在同一基质聚合物中表现出非常不同的行为。

[0015] US 2011/0281485 A1 (Rolland等)公开了一种组合物,其包括或由至少一种脂肪酸酯(PCM)和至少一种乙烯共聚物的共混物制得,其中的乙烯共聚物包含大量的极性共聚单体,优选乙酸乙烯酯或丙烯酸类成分。重点在于开发合适的共聚物组合物与常规的,如脂肪酸相变材料的共混物。通过提高乙酸乙烯酯含量可以减少过冷倾向。由于基质混合物必

须适应PCM，材料会受限于对其他所希望性能的调整，例如机械性能。

[0016] **发明目的**

[0017] 因此，本发明的一个目的是找到适用于聚氨酯凝胶的改进的热管理解决方案，以克服现有技术中遇到的问题。另一个目的是提供用于广泛应用温度范围的温度调节凝胶材料。再一个目的是找到在吸引力和触感上与基础凝胶等效的凝胶材料，其在具有众多温度变化周期的产品的长的使用寿命中保持稳定，没有PCM的渗出。

[0018] 最佳的热管理尤其被期待，从而促进与凝胶接触而休息的人的休闲性睡眠。温度平衡的热管理可以明显改善睡眠的舒适度。

[0019] 因此，本发明进一步的目标是提供一种聚氨酯凝胶组合物，其根据周围环境表现出温度调节或气候适应性。该材料还可以取决于身体实际产生的热量从与凝胶接触的人体吸收热量以及对身体释放热量，尤其是在睡眠过程中。

[0020] 发明人的目标是将PCM引入到聚氨酯基质中，同时对基础凝胶材料的触觉和力学性能没有负面影响。

发明内容

[0021] 本发明的上述目标通过权利要求1的方法、权利要求8的温度调节凝胶组合物、权利要求12的包含凝胶组合物的制品以及权利要求18的组合物和制品的用途来实现。

[0022] 本发明教导了制备包含相变材料(PCM)的温度调节聚氨酯凝胶组合物的方法，该相变材料的选择是要针对与周围环境发生热量交换的温度范围，并且相变材料被直接引入聚氨酯凝胶的分散相或“流体相”而未进行封装，所述方法至少包括以下步骤：

[0023] 步骤1：选择和提供多元醇组分和异氰酸酯组分来制备聚氨酯凝胶，其中用来膨胀凝胶网络的流体由多元醇组分提供。

[0024] 多元醇是唯一的分散剂或凝胶流体相材料。没有其他任何具有实质用量的增量剂(extender)，例如在水凝胶中没有类水物质。

[0025] 为本发明的凝胶选择的多元醇组分包括至少一种至少(理论上)三官能的含有环氧乙烷的环氧烷烃聚醚多元醇，其具有0到40wt.%的环氧乙烷(EO)。

[0026] 合适的多元醇化合物在室温或略高于室温下为液态，其为本领域技术人员所熟知。

[0027] 根据本发明的多元醇的理论官能度至少为3。这意味着每分子多元醇中事实上或作为平均值存在至少3个羟基，每分子优选3到8个羟基。这样的聚醚可以通过环氧化合物，优选是环氧乙烷和环氧丙烷，以混合物形式或依次地与具有活性氢原子的起始成分进行加成反应来制备。这种类型的聚醚多元醇的有效官能度大约为从2.8到接近3.0，其取决于合成期间副反应的程度。

[0028] 合适的具有反应性氢原子的起始成分包括至少三官能(三价的)醇、氨和胺，非常优选三价的或更高价的醇。合适的起始分子为甘油、甘油的二和低聚物、三羟甲基丙烷、1,2,6-己三醇、1,2,4-丁三醇、三羟甲基乙烷、季戊四醇、二季戊四醇及季戊四醇低聚物、甘露醇、山梨糖醇、甲基葡萄糖苷、其他衍生自糖类的多元醇。根据本发明的多官能度多元醇，通过醇盐链增长反应制备的是支化的分子，其具有线性聚醚支链和末端-OH基团，优选带有EO-OH的端基。合适的聚醚多元醇描述在，例如，DE1176358中的蔗糖基聚醚、DE 2639083中

甲醛聚糖起始的聚醚多元醇、和EP 1 926 768中的季戊四醇起始、甘油起始和其他低聚物起始的聚醚多元醇。

[0029] 本发明的构思的一部分是实现具有过量OH-基团的“非充分交联”(under-crosslinking)。链节,即,含有游离的官能性OH-基团的“支链”提供了凝胶的流体相或分散剂。换句话说,多元醇的一部分形成流体凝胶相,其中选定的PCM(方法步骤2,见下文)被溶解(方法步骤3,见下文)并因此被引入(方法步骤4,见下文)。起始凝胶混合物中官能团的数量可以被描述为OH_总>NCO_总。

[0030] 在非充分交联的情况下,在PU凝胶中创造良好的溶剂环境来溶解脂肪酸酯PCM。这里所说的EO含量和“游离的”非交联的聚醚多元醇支链的概念是脂肪酸酯PCM溶解的关键参数。令人惊讶的是,所述PCM在与纯净物的相变温度接近的温度下能够反复结晶和再溶解(见下面测试中的DSC图线,图1和2)。在这些条件下PCM能够保持其功能,即不存在如封装或乳液中那样的分离PCM相,这是令人惊奇的和无法预期的。

[0031] 根据本发明的凝胶所选择的异氰酸酯组分包括至少一种异氰酸酯,其反应性的(“有效的”)官能度为1.5到3.5,优选为1.8到2.9。优选有机二异氰酸酯和/或聚异氰酸酯。根据本发明合适的异氰酸酯由式Q(NCO)_n所表示,其中n为2到4,条件是NCO官能度如上文所述,Q为包含2到18个,优选6到10个碳原子的脂肪烃基;包含4到15个,优选5到10个碳原子的脂环烃基;包含6到15个,优选6到13个碳原子的芳烃基;或包含8到15个,优选8到13个碳原子的芳脂族烃基。合适的和优选的聚异氰酸酯例如公开于US5362834及其中所引用资料中的聚异氰酸酯,和US8232364中的NCO-预聚物。

[0032] 本领域技术人员能够根据聚氨酯化学领域公知的常规技术制备聚氨酯凝胶。特定的聚氨酯凝胶——其中部分多元醇形成所得到凝胶的分散剂或“流体相”,即,其中形成聚氨酯的多元醇组分本身提供了膨胀网络的流体凝胶相——详细公开在US4404296、EP057838和EP511570中,所有这些都以引用方式并入本文,特别是关于聚氨酯凝胶生产的实践方面。

[0033] 通常,凝胶形成反应可以在本领域所熟知的和上述现有技术文献中描述的合适的催化剂、填料和/或添加剂的存在下进行实施。

[0034] 除了所选择的一种或多种多元醇之外,“多元醇组分”还可以包括如聚氨酯配方中和本领域技术人员技能中常用的一种或多种催化剂、填料和/或添加剂。同样,除了所选择的一种或多种异氰酸酯之外,“异氰酸酯组分”还可以包括一种或多种催化剂、填料和/或添加剂。

[0035] 步骤2:为预期的温度调节范围提供一种液体的或熔融的PCM,其中PCM选自脂肪酸酯及其混合物。

[0036] 脂肪酸酯和脂肪酸酯混合物可商购获得作为相变材料,具有广泛的应用温度范围。在各种比率下其均可以混溶,因此可以实现不同的温度和温度范围。脂肪酸酯可从天然可再生资源以适度成本得到。预期不会有材料短缺。脂肪酸酯PCM被广泛测试,其为环境友好的,即无毒且不会对人类和环境造成影响。

[0037] PU凝胶组合物中PCM或PCM混合物的用量不应超过60wt.% (重量百分比),优选PCM不超过40wt.%,更优选不超过30wt.%。

[0038] 优选的,这里使用的和在以下步骤3中所讨论的溶解在多元醇中的脂肪酸酯链上

不具有OH-基团和其它泽尔维季诺夫活泼氢 (Zerewitinoff-active hydrogen) ,以免参与聚氨酯反应。

[0039] 脂肪酸酯 (FAE) -按照常见的化学定义一是C6-C26脂肪族羧酸,即线性饱和或不饱和长链酸的单酯。酯残基优选为烷基或脂肪醇残基,例如甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、戊基和更高级烷基,即脂肪醇残基。

[0040] 饱和和不饱和脂肪酸酯都适合于本发明的目的。混合物用于实现所需的相变温度和间隔。

[0041] 优选以下脂肪酸酯:

[0042] C (6:0) 至C (26:0) 酸的脂肪族酯,即,含有6-26个碳原子的饱和C链,优选C (8:0) 至C (20:0) 酸的脂肪族酯,优选含有上面提到的酯残基;

[0043] C (6:1) 至C (26:1) 酸的脂肪族酯,即,链中含有一个C-C双键,优选含有上面提到的酯残基,以及上面所提到所有这些酯之间的混合物。

[0044] 这些酯类的优选实例如下:

[0045] 十八烷基酯C (18:0) -C (x:0) ,其中x从1到16,例如但并非局限于C (18:0) -C (1) MES、硬脂酸甲酯;C (18:0) -C (2) EES、硬脂酸乙酯,C (18:0) -C (6:0) 硬脂酸己酯,以及具有更高级脂肪醇残基的硬脂酸酯;C (18:1) -C (1) MEO、油酸甲酯;C (18:1) -C (2) EEO、油酸乙酯;C (18:1) -C (6:0) 油酸己酯,以及具有更高级脂肪醇残基的油酸酯;C (16:0) -C (1) MEP、棕榈酸甲酯,C (16:0) -C (2) EEP、棕榈酸乙酯;C (16:0) -C (6:0) 棕榈酸己酯,C (16:0) -C (12:0) 棕榈酸十二烷基酯和其它的酯,尤其是具有更高级脂肪醇残基的酯;C (14:0) -C (1) 十四烷酸甲酯,C (14:0) -C (2) 十四烷酸乙酯,以及具有更高级脂肪醇残基的十四烷酸酯,例如但不限于C (14:0) -C (14:0) 十四烷酸十四烷基酯;

[0046] C (12:0) -C (1) 月桂酸甲酯,C (12:0) -C (2) 月桂酸乙酯,以及具有更高级脂肪醇残基的月桂酸酯,例如但不限于C (12:0) -C (12:0) 月桂酸月桂酯。

[0047] 可以选择至少两种酯的混合物以分别针对目标温度或温度间隔优化相变材料。技术人员可以通过链长和混合比率的变化找到用于特定应用的最佳PCM。这可以通过简单的测试完成。

[0048] 优选混合饱和的FAE和饱和的FAE用于身体相关应用,其中需要实现室温 (25 °C) 和体温 (37 °C) 之间的温度间隔。进一步优选混合不饱和的FAE与不饱和的FAE或短链饱和的FAE以实现冷却和其它热管理应用。

[0049] 步骤3:在均为液体状态下混合多元醇组分和PCM以获得组分之间完全混溶、不产生相分离的单相。当在高于PCM熔点的温度下获得清澈的溶液并且观察不到相分离时,即实现了本发明的没有相分离的完全混溶。即使在高于熔点的温度保持24小时的情况下,PCM在多元醇中的溶液仍观察不到相分离,这可以用来测试PCM和多元醇的完全混溶性。只要在脂肪酸酯PCM的熔点或熔点范围以上保持溶液,溶液就是清澈的,即,结晶状透明而且不“混浊”。这看起来表明PCM,即脂肪酸酯的完全溶解。因此,PCM不仅仅是被夹带在反应后的凝胶组合物中,例如,以自身相的小液滴,而是被完全引入。

[0050] 本发明人发现必须使用这样的环氧烷烃聚醚多元醇,其不含有EO或具有从0到约40wt. %环氧乙烷 (EO) 的较低的EO含量,优选从0到25%,更优选从10到约21%,以此达到脂肪酸酯PCM和多元醇 (EO%是相对于100%的聚醚多元醇的重量百分数) 的完全混溶。由于脂

肪酸酯PCM在室温下可能是固体,因此要在升高的温度下实施步骤,以达到并保持混合成分处于液体状态下的混和温度。在使组分反应而制备凝胶的步骤之前,由多元醇和PCM形成清澈的单相体系。

[0051] 环氧烷烃聚醚多元醇的规格影响多元醇溶解脂肪酸酯PCM的能力。技术人员通过非常简单的实验测试就能够发现是否被选作PCM的特定脂肪酸酯或混合物能够与选定的多元醇完全混溶。如果环氧烷烃聚醚多元醇的EO含量小于40%就肯定会表现出混溶性,如果含量不高于约25%则更肯定有混溶性,如果含量不高于约21%则最肯定有混溶性。对于以其分子量表征的具有中等到长的链长的多元醇,这看起来是尤其准确的。为了更容易找到具有完全混溶性的体系,因此提出使用分子量为1900以上,优选2000以上的多元醇。如何找到完全混溶的多元醇和PCM的实例在该说明书最后的测试部分给出,其中通过展示混溶性图表来例示这些发现(表1-4)。

[0052] 看来将多元醇-PCM混合物的温度保持在PCM的结晶温度以上,直到聚氨酯成分已经混合并且混合物达到凝胶化是十分重要的。当然也可以更早地制备多元醇和PCM的混合物并储存以及或许运输混合物,无需时刻保持在PCM结晶温度以上。因而在进一步处理之前,加热混合物以及在多元醇中再溶解PCM是十分重要的。如果甚至在液态或熔融状态下PCM就从多元醇中分离,那么该PCM-多元醇组合就不适用于本发明的用途。

[0053] 步骤4:将多元醇组分-PCM混合物与异氰酸酯组分反应,以形成温度调节聚氨酯凝胶组合物。

[0054] 对含有PCM的多元醇成分方面和另一方面的异氰酸酯成分进行进一步处理是通过本领域技术人员所熟知的常规设备完成。单个组分或组分的混合物可以通过聚氨酯化学领域公知的单元进行运输、计量和混合。

[0055] 通过本发明的方法获得的聚氨酯凝胶长期稳定,没有任何PCM渗出。它可以用于许多完全可逆的加热-冷却循环。说明书最后的实验部分给出了体现这种良好性能的测试。

[0056] 最引人注目的是这种脂肪酸酯能够在凝胶内结晶和熔融,其相变温度与纯PCM的相变温度接近,尽管PCM不仅仅被夹带在凝胶中,而是以某种方式被次价键力(secondary binding force)束缚,从而阻止了PCM的渗出。出人意料的是,在多元醇和所获得的凝胶中溶解PCM而不是乳化或分散它是具有优势的。根据本发明规定的基础凝胶使含有PCM的凝胶具有极好的温度调节性能。

[0057] 如一些测试所显示的那样,在许多情况下,根据本发明的凝胶中存在的例如20wt.%的FAE的熔融温度和结晶温度与相同的FAE物质的熔点和结晶温度非常接近。这是无法预料的。通常,相变特性在多组分体系中受到强烈的影响,必须要面对不可小看的过冷效应。

具体实施方式

[0058] 现在我们引用本发明的优选实施方式。

[0059] 在优选的实施方式中,具有0到40%EO的一种或多种环氧烷烃聚醚多元醇存在于多元醇组分中,其用量为至少60wt.%,更优选用量为至少90wt.%.可以存在较低用量的其他多元醇。然而其他多元醇的存在是不优选的。

[0060] 进一步优选的是,除了环氧乙烷外,有大量的在链中生成仲OH-基团的环氧烷烃,

优选环氧丙烷。因此，在优选的实施方式中，环氧烷烃聚醚多元醇是环氧丙烷/环氧乙烷(P0/E0)-聚醚多元醇。

[0061] 进一步优选使用的多元醇的分子量是1900以上，更优选2000以上(数均分子量)。

[0062] 进一步优选的是，凝胶成分的异氰酸酯指数为20到75，更优选为20到60。

[0063] 进一步意想不到的优势是，根据本发明所述的方法可以在标准的高压注塑成型机上实施。

[0064] 根据本发明的凝胶组合物优选通过注塑成型或其他模塑成型技术将凝胶在模具中成型，形成三维产品或制品，或生产薄板材料或薄片(foil)。

[0065] 在优选的实施方式中，模具加衬层，优选聚合物膜，形成模压凝胶产品的覆盖层。膜可以用底漆处理。覆盖层可以是聚氨酯膜、硅酮膜或其他合适的膜、织物覆盖物或例如浸渍的织物覆盖物。

[0066] 本发明的新型温度调节聚氨酯凝胶组合物是由上文详细描述的方法得到的凝胶。如果基础凝胶发粘，这在含有PCM的凝胶组合物中通常会保持。基础凝胶的其他性能，如机械性能，例如弹性、断裂伸长率和压力分布性能同样是不变的。

[0067] 由于有广泛的脂肪酸酯和脂肪酸酯混合物可使用，目标温度得到拓宽且可以根据所需应用进行调整。可以产生更小的或更宽的熔融范围和更小或更宽的结晶或凝固范围。如果合适，目标温度分布在用于冷却应用的负摄氏度直到约100°C的范围内。

[0068] 在优选实施方式中，相变温度或范围，即熔点或范围，以及结晶点或范围，处于-20°C到+50°C之间。这包括适合于在个人家庭或工业中的冷却应用的凝胶，以及建筑工业中的热交换阻尼应用。

[0069] 如果分别有熔融范围和结晶范围，而不是熔点或结晶点，我们把“熔融温度”视为大部分(如果不是全部)PCM处于熔融液态的温度，其可通过非填充参比凝胶材料表观的从混浊到清澈转变进行目视测定。相应地，我们把“结晶温度”看成是大部分(如果不是全部)PCM处于固体结晶态的温度，其由相同的方式测定。

[0070] 这样的应用集中在人体相关应用。对于这些特定用途，凝胶或其制品要适应于接触聚氨酯凝胶组合物休息的人体的温度调节，聚氨酯凝胶组合物能够从身体吸收热量和对身体释放热量，其取决于身体产生或需求/需要的热量。对于这些用途，以及特别是所有的与改善睡眠舒适性相关的用途，目标范围处于22°C和40°C之间，更优选22°C到38°C之间，最优选26°C到38°C之间。这意味着相变温度处于所述温度之间，这些温度至少在以下情况下是确切的：当熔点或范围-或以上所定义的“熔融温度”-和结晶点或范围-或以上所定义的“结晶温度”均处于规定的温度值范围内时。

[0071] 具有新型热调节聚氨酯凝胶的制品包括例如骨科和体育器材，如垫块、袋子、敷布、绷带和支架、缓冲垫和鞋垫、自行车座位；床上用品，如床垫、床垫外套、枕头、靠垫；生活舒适产品例如内饰、座椅、靠背和扶手、躺椅及任何种类的身体支持物；冷却和调温设备，如包、容器、夹套；建筑工业用产品，例如墙、地板；电子外壳；层合和涂覆织物。

[0072] 在制品中，凝胶组合物可以与至少一种其他材料结合，所述其他材料优选选自泡沫材料、热塑性材料、硬质材料、弹性材料和热塑性弹性体，优选聚氨酯基，以及织物、天然的室内装璜材料、纸张、纸板、木材、金属和玻璃。附加的材料和凝胶也可以形成复合材料，例如具有层合的结构或被一种或多种其它材料的结构封装或支持的凝胶垫。

[0073] 根据某种实施方式，凝胶组合物或者制品可以整体被覆盖层覆盖，或在凝胶侧被覆盖层部分覆盖，或封闭在外壳中，其中覆盖物或外壳优选由聚合物薄片(foil)、织物或网制得。对于许多应用而言，优选浸渍织物或防水织物。

[0074] 在其他实施方式中，具有多于一种聚氨酯凝胶组合物被引入，其中该组合物在PCM用量和/或由不同的PCM组合物提供的相变温度上有所不同。

[0075] 根据本发明的优选制品，其被设计用于身体相关应用，适用于接触聚氨酯凝胶的人体的温度调节，该聚氨酯凝胶能够从身体吸收热量和对身体释放热量，其取决于身体产生或需求的热量，其中相变温度，即熔融温度和结晶温度(如上定义)，均处于22°C到38°C之间，优选针对睡眠舒适性的应用。“接触聚氨酯凝胶”也包括“靠近接触”。这意味着不排除用薄覆盖层覆盖制品的凝胶部分，只要覆盖层不会过度阻碍或破坏凝胶和人体或其他身体之间的热传递，其温度必然通过本发明所述的引入到聚氨酯凝胶中的PCM进行调节。

[0076] 以床垫、类似身体支持物或床垫套形式的制品的实例公开于EP2 692 265 B1中并在此以引用方式并入本文，其中本发明的聚氨酯凝胶组合物与其他材料进行组合加入。

[0077] 最后，本发明还包括温度调节凝胶组合物或其制品的用途，均如上所述，根据选定的目标温度和相变温度吸收周围的热量和向周围释放热量。

[0078] 混溶性测试

[0079] 本发明的最有意义的发现之一是：液体脂肪酸酯PCM和液体多元醇的完全混溶性最终导致长期稳定的、非渗出凝胶制品。只要是满足该条件，在由部分多元醇组分提供的凝胶分散相中，脂肪酸酯PCM就能够可逆地结晶和再溶解。此外，在凝胶中相转变温度并不会与对于所使用的特定脂肪酸酯能够预期的相变温度相差太多。本发明的具有完全混溶性的多元醇-PCM-混合物在PCM相变温度以上呈晶体状透明，在其温度以下为浑浊。

[0080] 本发明人得出了选择有用的多元醇作为本发明凝胶的反应物的标准。附录的混溶性表1到4说明了其相关性。

[0081] 脂肪酸酯PCM的不同的混溶性取决于聚醚多元醇的性质，即，每分子中环氧乙烷的用量和链长是值得注意的。表1-4显示了所选择多元醇的特点，并显示了作为多元醇和凝胶中的PCM的脂肪酸酯实例(月桂酸月桂酯)的性质。当在多元醇中无法得到PCM溶液时，PCM将从凝胶产品中泄露。在这种情况下无法获得令人满意的凝胶产品。如在表中所显示的那样，溶液的品质取决于多元醇的特征。

[0082] 熔融温度/熔点范围

[0083] 下面给出了二元FAE混合物的熔点，以显示目标相变温度。

二元混合物	mp °C(100:0-0:100 wt.%)
MEP/MES	29-38
MEP/EES	29-33
MEP/EEP	29-23
[0084] MES/EES	38-33
EEP/MES	23-38
EEP/EES	23-33
MEO/MEP	(-36)-29
MEO/MES	(-36)-38

[0085] 实施例

[0086] 通过混合多元醇共混物(多元醇、PCM和催化剂的混合物,见BLEND)与如下所述异氰酸酯,并在常规聚氨酯凝胶制备条件下和市售设备上使其反应而制得样品。使用PUR高压混合和定量配料机来生产凝胶测试块。材料的起始温度为55 °C,压力为180bar。使用测试块来确定机械和其他性能(参见测试)。

[0087] 有四组实施例(I到IV),其中100重量份的多元醇组分(以共混物形式存在)与不同数量的异氰酸酯混合以示不同的异氰酸酯指数的效果和肖氏硬度(000)值。四个实验系列的数据在对应的表“实施例I、II、III和IV”中列出。

[0088] 材料

[0089] Poly 1:聚醚多元醇,其通过山梨糖醇的丙氧基化和随后烷氧基化产物的乙氧基化制得,其OH值为28.5,分子量为11800(数均分子量),官能度为6;

[0090] Poly 2:聚醚多元醇,其通过甘油的丙氧基化和随后烷氧基化产物的乙氧基化制得,其OH值为28.0,分子量为6010,官能度为3;

[0091] PCM 1:月桂酸月桂酯($C_{(12:0)}-C_{(12:0)}$), $C_{24}H_{48}O_2$ (~99%),MP 29 °C;

[0092] PCM 2:肉豆蔻酸肉豆蔻酯($C_{(14:0)}-C_{(14:0)}$), $C_{28}H_{56}O_2$ (~99%),MP38 °C;

[0093] 异氰酸酯1:根据美国专利US 8232364的第一NCO预聚物,其包含Desmodur®44V10(从Bayer Material Science AG购得的聚亚甲基聚苯基异氰酸酯,其NCO基团含量为31.5%,平均NCO官能度为2.4,25 °C下粘度为100mPa · s)与聚氧化烯二醇单烷基醚(其数均分子量为1700g/mol,官能度为1)的反应产物,所呈现的理论NCO基团含量为3.0%;

[0094] 异氰酸酯2:根据美国专利US 8232364的第二NCO预聚物,其包含Desmodur®44V20(从Bayer Material Science AG购得的聚亚甲基聚苯基异氰酸酯,其NCO基团含量为31.5%,平均NCO官能度为2.8,25 °C下粘度为200mPa · s)与聚氧化烯二醇单烷基醚(其数均分子量为1700g/mol,并且官能度为1)的反应产物,所呈现的理论NCO基团含量为8.7%);

[0095] 异氰酸酯3:Desmodur®44V20,从Bayer Material Science AG购得的聚亚甲基聚苯基异氰酸酯;其NCO基团含量为31.5%,平均NCO官能度为2.8,25 °C下粘度为200mPa · s;

[0096] 异氰酸酯4:根据美国专利US 6191216的NCO-预聚物其含有HDI(六亚甲基二异氰酸酯)和聚环氧丙烷,平均分子量为400,OH 280,具有7:1的NCO/OH比例,得到理论NCO基团

含量为12.6,官能度为2,粘度为2500;

[0097] 催化剂:**Coscat®83**,其可以从美国的Vertellus Specialties Inc.购得。

[0098] -----

[0099] BLEND 1:按表格中所示重量份数(b.w.)的Poly 1+PCM1+PCM2,加上0.3%重量的催化剂(**Coscat®83**);

[0100] BLEND 2:按表格中所示重量份数(b.w.)的Poly 2+PCM1+PCM2,加上0.3%重量的催化剂(**Coscat®83**);

[0101] -----

[0102] 100重量份数的各共混物进行混合,并与所述用量的异氰酸酯(表格中给出的重量份数(pbw))反应。

[0103] 实施例I

编号	Poly 1 (pbw)	PCM 1 (pbw)	PCM 2 (pbw)	异氰酸酯 1 (pbw)	指数	表面	肖氏硬度 -000(20°C)	备注
1	83.4	8.3	8.3	20.8	35.0	(液体)	-	[0104]
2	83.4	8.3	8.3	25.0	42.1	粘性	0.0	
3	83.4	8.3	8.3	33.0	55.6	粘性	31	
4	83.4	8.3	8.3	37.5	63.2	粘性	41	
5	83.4	8.3	8.3	41.7	70.3	无粘性	50	
6	83.4	8.3	8.3	50.0	84.3	无粘性	63	
7	83.4	8.3	8.3	59.8	100	无粘性	68	
8	77	11.5	11.5	23.0	42	粘性	11	
9	72	14	14	21.4	41.8	粘性	10	

[0105] *) PCM迁移到表面

[0106] 实施例II

[0107] (很软的凝胶)

编号	Poly 1 (pbw)	PCM 1 (pbw)	PCM 2 (pbw)	异氰酸酯 2 (pbw)	指数	表面	肖氏硬度-000 (20°C)
10	83.4	8.3	8.3	4.0	19.6	(液体)	[0108]
11	83.4	8.3	8.3	4.5	22.0	粘性	
12	83.4	8.3	8.3	5.0	24.5	粘性	

[0109] 实施例III

[0110] (根据**Schäpel** (US4404296) 的凝胶;指数15-62,产品f*f>5.2)

编号	Poly 1 (pbw)	PCM 1 (pbw)	PCM 2 (pbw)	异氰酸酯 3 (pbw)	指数	表面	肖氏硬度- 000 (20°C)	备注
[0111]	13	83.4	8.3	8.3	1.3	23.0	(液体)	-
	14	83.4	8.3	8.3	1.4	24.8	粘性	0.0
	15	83.4	8.3	8.3	1.6	28.3	粘性	15.7
	16	83.4	8.3	8.3	2.0	35.4	粘性	43.8
	17	83.4	8.3	8.3	4	70.8	非粘性	83.7
	18	77	11.5	11.5	1.4	26.8	粘性	22.6
	19	72	14	14	1.3	26.6	粘性	24.8

[0112] *) PCM迁移到表面

实施例IV

编号	Poly 2 (pbw)	PCM 1 (pbw)	PCM 2 (pbw)	异氰酸酯 4 (pbw)	指数	表面	肖氏硬度- 000 (20°C)	备注
[0114]	20	83.4	8.3	8.3	7.9	57	(液体)	-
	21	83.4	8.3	8.3	9.1	66	粘性	40
	22	83.4	8.3	8.3	10	72	粘性	52
	23	83.4	8.3	8.3	12.5	90	非粘性	78
	24	83.4	8.3	8.3	14.2	100	非粘性	81

[0115] *) PCM迁移到表面

实施例的测试

测试1: FAE混合物和PCM在凝胶中的熔点范围

PCM (重量比)	PCM 的熔点 (°C)	PCM 的 ΔH_{tot} [J/g]	PU 凝胶中 20%PCM 的熔点(Poly 1 + NCO 1 (Ex.))**)
[0118]	十八烷(对比)	28	244
	MEP	29	199
	MES	38	208
	MES/EEP (20/80)	21	217
	MES/MEO (40/60)	27	188
	MEP/MES (20/80)	29	213
	MEP/EEP (80/20)	25	175

[0119] **) 凝胶直观目视测定(从混浊变为清晰)

[0120] 根据以上实施例的描述制备凝胶。在LP-机器或HP-机器(55 °C-180 bar; 70 °C 195 bar)上制备没有观察到差异。LP-机器是使用机械搅拌器使两种成分结合的混合机器; 多元醇共混物和异氰酸酯, HP-机器是通过喷射雾化使两种成分结合的混合机器。与基质中的熔点相比, 由本发明得到的凝胶中材料的PCM熔点几乎保持不变, 这是无法预期的。该优

势使得更容易找到期望的目标温度的PCM。

[0121] 测试2:迁移测试

[0122] 需要进行测试以阻止在压力(由于垫子、内衬、床垫、枕头和其他压力分散单元必须承受一定的压力条件)下,PCM向凝胶表面的迁移。采用夹于金属板之间的夹层样品进行压缩测试。层的顺序是:纸箔、PU膜、纸箔、泡沫、聚氨酯凝胶、PU薄膜、纸箔。将样本压缩至总高度的50%,在70℃下放在烤箱三个星期。外观检测没有发现润湿纸箔。然后对试样的表面进行目视检测,其平坦并且未发生变化。在外皮下面没有夹带的流体。

[0123] 测试3:差示扫描量热法(DSC)是一种热分析技术,其中对样品和参比样升温所需的热量的差值进行测量,并将其作为温度的函数-见图1和图2的相关描述。

[0124] 测试4:对枕头的气候腔测试(climat chamber test)——见图3的相关描述。

附图说明

[0125] 图1为月桂酸月桂酯(C12C12)所表现的DSC加热和冷却循环图;

[0126] 图2为根据实施例1的凝胶中月桂酸月桂酯共混物所表现的DSC加热和冷却循环图;

[0127] 图3为枕头的微气候测试的温度图线。

[0128] 图1和图2是对图1的纯PCM和图2的本发明的凝胶体所进行的差示扫描量热法(DSC)实验的图线。

[0129] 说明:

[0130] 图1月桂酸月桂酯(C12;0C12;0)的加热-冷却循环

[0131] DSC He中的Tg

[0132] 1.1材料的(第二)加热阶段

积分 3558.44 mJ

归一化/标准化 230.62 J / g

[0133] 初值 27.62℃

峰值 32.38℃

加热速率 20.00℃ /min

[0134] 1.2冷却阶段:

积分 -3659.06 mJ

[0135] 归一化/标准化 -237.14J / g

初值 26.44℃

峰值 24.24℃

[0136] 加热速率 -20.00℃ /min

[0137] 图2本发明实施例(Poly1/异氰酸酯1)的“标准聚氨酯凝胶”中存在的13.5%重量的月桂酸月桂酯的加热-冷却循环

[0138] DSC He中的Tg

[0139] 2.1凝胶样品的(第二)加热阶段

	积分	715.55 mJ
	归一化/标准化	29.99 J / g
[0140]	初值	18.70°C
	峰值	28.11°C
	升温速率	20.00°C /min
[0141]	2.2冷却阶段:	
	积分	-713.78 mJ
	归一化/标准化	-29.92J / g
[0142]	初值	20.02°C
	峰值	15.39°C
	升温速率	-20.00°C /min

[0143] 图线都是不言自明的。加热和冷却曲线的出现在同样、重叠的温度范围内。这使得可以利用本发明的凝胶材料作为温度调节之用,以及在上述详细描述和规定的这种特定凝胶中使用脂肪酸酯PCM和混合物。即使在如发明人所说的将PCM加入聚氨酯凝胶中时,也会发生与周围环境完全交换熔融热。

[0144] 图3显示了枕头在气候腔内平衡实验的图形化结果。

[0145] 所示测试在“Ergonomie Institut München,Germany”的气候室中进行,该气候室的环境温度为35°C。凝胶表面所测量的温度对时间的依赖性由相关DSC实验进行解释。

[0146] 图3的说明

[0147] 1.典型的枕头由泡沫和PU凝胶制得(标准,并非根据本发明)

[0148] 传感器在泡沫侧-对比例;

[0149] 2.与1相同,传感器在凝胶侧,凝胶层包括1kg凝胶;

[0150] 3.枕头的形状如上,凝胶层(1kg凝胶)包括13.5wt.%的微胶囊化石蜡C8(辛烷,熔点28°C)

[0151] 4.枕头的形状如上,凝胶层(1kg凝胶)包括13.5wt.%的月桂酸月桂酯(熔点29°C)

[0152] 5.枕头的形状如上,凝胶层(1kg凝胶)包括13.5wt.%的50/50的月桂酸月桂酯和硬脂酸十八烷酯(熔点29–38°C)

[0153] 6.枕头的形状如上,凝胶层:1.7kg标准凝胶(见2中的凝胶)

[0154] 使用温度调节的模拟模块来分析枕头在下述条件下的微气候性能(表面温度)

[0155] –测试室内空气条件:21°C,50%相对湿度,空气流动<0.05m/s:

[0156] –条件:在进行实验之前,测试装置的所有单元和测试枕头在测试室内空气条件下适应24小时。

[0157] –实验持续时间:7小时。如果测量参数温度在测试7小时后没有达到稳态,在每种情况下实验的持续时间延长两个小时,直到达到稳态。然而,根据图线,所有的枕头在7小时内达到稳定状态。7小时后最终温度:35.8–36.0°C;

[0158] 重复测试:在相同的测试条件下进行5次测试。如果偏差超过0.3K,重复实验直到

两个序列测试结果之间的偏差 $\leq 0.3\text{K}$ 。

[0159] 实验通过“典型的枕头”来完成,其形状为40x 80cm,厚度8cm,凝胶层位于泡沫枕头一侧。凝胶层是由测试1-5中的1.0kg凝胶和测试6中的1.7kg的凝胶制得。

[0160] 图线显示了与标准凝胶枕头((1.泡沫侧=泡沫枕头),2,6)相比,本发明的样品优异的温度控制(4和5)。图线显示了与微凝胶囊化PCM(见3,以及令人满意的起始阶段后快速升温)相比实现了改善。这些有益的性能可以保持很长一段时间,即产品的使用期内。正常使用后没有检测到PCM的渗出或其他破坏。

[0161] (加上单独的表1-4=21-24页)

[0162]

表 1-长链聚醚多元醇

多元醇	EO[%]	PO[%]	MW[g/mol]	fcf ³	OH 值 [mg KOH/g]	多元醇与 20wt%月桂 酸月桂酯的 混溶性		多元醇与 20wt%十八 烷的混溶性 (石蜡, mp 28°C)	多元醇与 20wt%十八 烷的渗透性 (石蜡, mp 29°C)	渗透: 在凝胶 产品 ² 上出现 石蜡PCM十 八烷的渗 出?	渗透: 在凝胶 产品 ² 上出现 脂肪酸酯 -PCM月桂酸 月桂酯的渗 出?	渗透: 在凝胶 产品 ² 上出现 20wt%十八 烷的渗透性 (石蜡, mp 28°C)	渗透: 在凝胶 产品 ² 上出现 20wt%十八 烷的渗透性 (石蜡, mp 29°C)
						是	否						
1	0	97	3000	长链	3	56	是	否	否	否	是	是	是
2	15	84	6250	长链	3	27	是	否	否	否	是	是	是
3	17	81	11800	长链	6	29	是	否	否	否	是	是	是
4	21	77	6235	长链	3	27	是	否	否	否	是	是	是
5	77	17	3350	长链	6	104	否	是	是	否	是	是	是
6	71	26	4500	长链	3	37	否	是	是	否	是	是	是
7	47	49	1700	长链	2	57	否	是	否	否	是	是	是

¹ 混溶性: “是”代表在以上熔点停留 24 小时之后, 完全混溶(100%), 单相, 结晶状清晰/透明的液体(不使用乳化剂)

² 对所有混溶性测试: 凝胶产品, 其由市售的 EO/PO 聚醚多元醇和拜尔公司的异氰酸酯“20RE45”制得

³ “fcf” 多元醇理论官能度

[0163]

表 2—短链聚醚多元醇

多元醇	EO[%]	PO[%]	MW[g/mol]	fct ³	OH 值 [mg KOH/g]	多元醇与 月桂酸月桂酯的 混溶性 ¹ (FAE, mp 29°C)	渗漏: 在凝胶产品 ² 上出现脂肪酸酯 ·PCM 月桂酸月桂 酯的渗出?	多元醇与 20wt.% 月桂酸月桂酯的 混溶性 ¹ (石 蜡, mp 28°C)	渗漏: 在凝胶 产品 ² 上出现 石蜡 PCM + 八烷的渗出?
8	0	87	725 短链	3	231	否	是	否	是
9	18	72	1900 短链	6	175	否	是	否	是

表 3-长链和短链聚醚多元醇的混合

[0164]

多元醇 长链/短链 (MG11800/MG1900)	混合比率 (重量份)	EO[%]	POI[%]	MW[g/mol]	fct	OH 值 [mg KOH/g] ¹ (FAE, mp 29°C)	多元醇与 20wt.% 月桂酸 月桂酯的混溶性	渗漏: 在凝胶产品 ² 上出 现脂肪酸酯-PCM 月桂酸 月桂酯的渗出?
样品 1	90/10	18	80	10810	6	43.5	是	否
样品 2	80/20	18	79	9800	6	57.8	是	否
样品 3	70/30	18	78	8830	6	72.4	是	否
样品 4	60/40	18	77	7840	6	87.1	是	否
样品 5	50/50	18	76	6850	6	101.7	否	是

[0165]

表 4—混合具有高 EO 比例(71%EO)和低 EO 比例(15%EO)的长链聚醚多元醇

多元醇	混合比率 (重量份)	EO[%]	PO[%]	MW[g/mol]	fct	OH 值 KOH/g	[mg] 多元醇与 20wt.%月桂 酸月桂酯的混溶性 ¹ (FAE, mp 29°C)	渗漏: 在凝胶产品 ² 上出现脂肪 酸酯-PCM 月桂酸月桂酯的渗 出?
多元醇 15/多 元醇 71	90/10	20.7	77.9	6075	3	28.9	否	是
多元醇 15/多 元醇 71	80/20	26.3	72.16	5900	3	29.8	否	是

(注释见表 1)

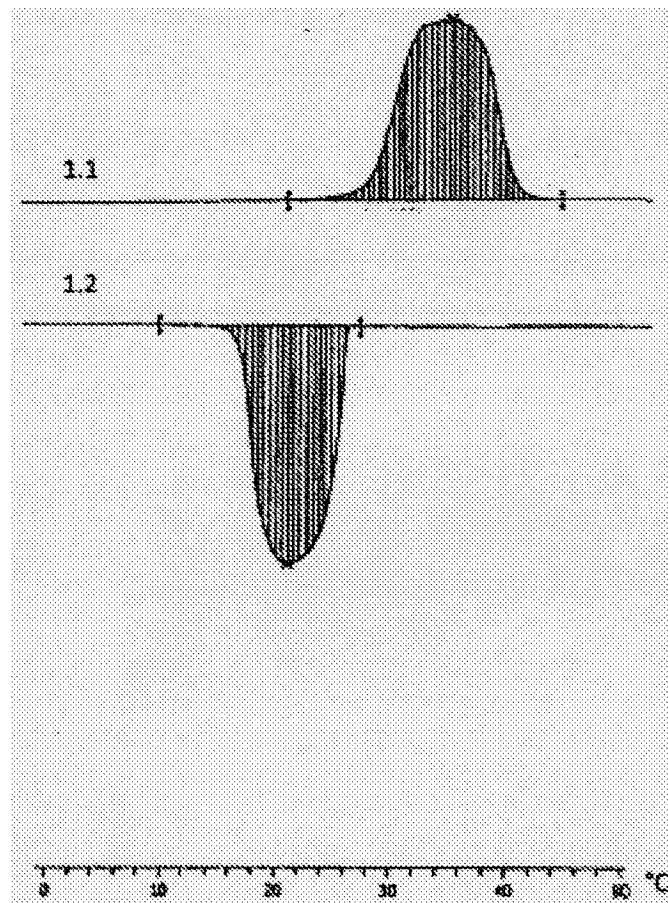


图1

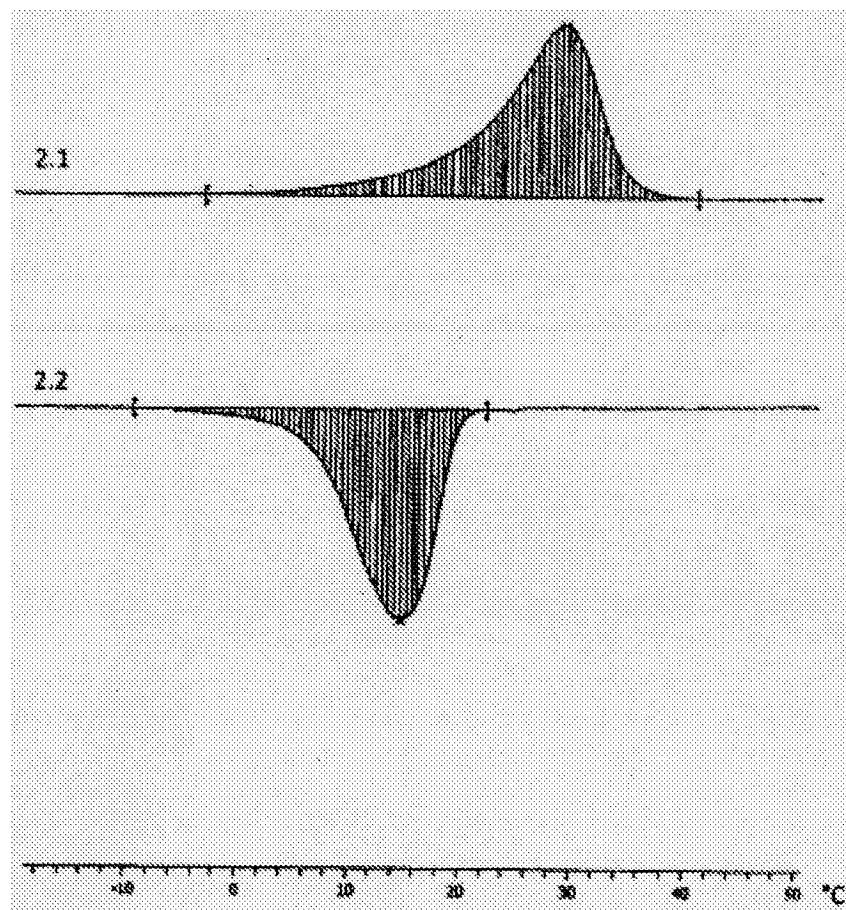


图2

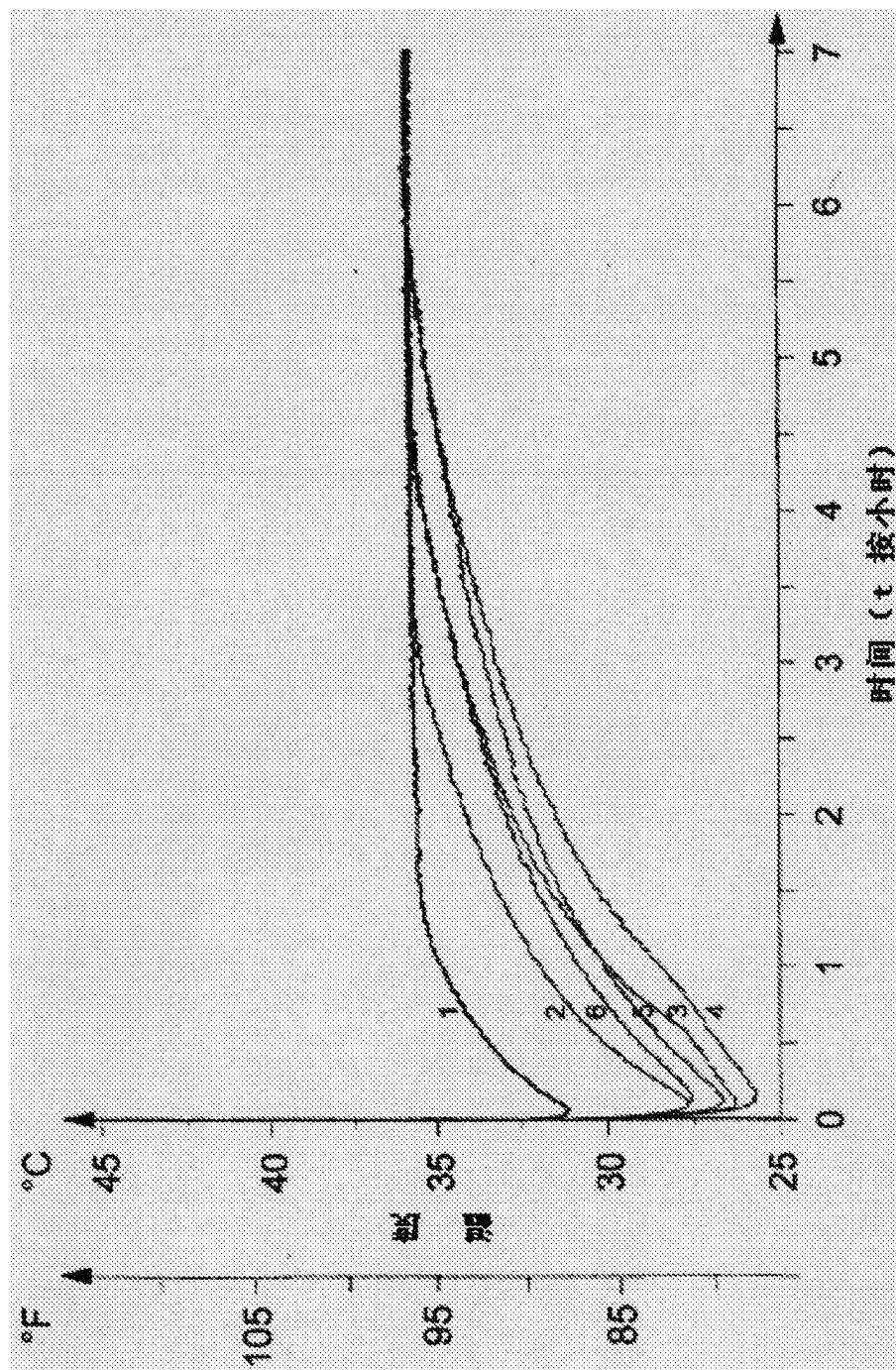


图3