



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0026906

(51)⁷ C09J 103/02; D04H 1/64; D04H 1/587; (13) B
C03C 25/32; D04H 1/4218

(21) 1-2016-03228 (22) 02/03/2015
(86) PCT/FR2015/050502 02/03/2015 (87) WO 2015/132518 11/09/2015
(30) 1451826 06/03/2014 FR
(45) 25/01/2021 394 (43) 26/12/2016 345A
(73) SAINT-GOBAIN ISOVER (FR)
18 Avenue d'Alsace, F-92400 Courbevoie, France
(72) OBERT, Edouard (FR); KIEFER, Lionel (FR).
(74) Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM HỒ SỢI NỀN NƯỚC CHO SẢN PHẨM NGĂN CÁCH, QUY TRÌNH SẢN XUẤT SẢN PHẨM NGĂN CÁCH, SẢN PHẨM CÁCH ÂM VÀ SẢN PHẨM CÁCH NHIỆT THU ĐƯỢC BẰNG QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm hồ sợi nền nước cho các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, chế phẩm này bao gồm:

(a) ít nhất một sacarit được chọn từ các đường khử và đường được hydro hóa, tỷ lệ của đường được hydro hóa nằm trong khoảng từ 25% đến 100% khối lượng,

(b) ít nhất một monome axit polycarboxylic hoặc muối hoặc anhydrit của axit này,

(c) ít nhất một epoxysilan với lượng lớn hơn 2,0% khối lượng, tính theo tổng lượng các thành phần (a) và (b).

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất sản phẩm ngăn cách, sản phẩm cách âm và sản phẩm cách nhiệt thu được bằng quy trình này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm hồ sợi dùng cho các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, cụ thể là bông thủy tinh hoặc xơ đá, chứa đường được hydro hóa, ít nhất một axit polycarboxylic và ít nhất một epoxysilan với một lượng lớn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sản xuất các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng thường bao gồm bước sản xuất các sợi thủy tinh hoặc sợi khoáng bằng quy trình ly tâm. Trên đường đi giữa thiết bị ly tâm và băng chuyền thu gom sợi, chế phẩm hồ sợi nền nước, còn được biết đến là chất kết dính, được làm bay hơi trên các sợi khi còn nóng, và sau đó trải qua phản ứng rắn nhiệt ở nhiệt độ khoảng 200°C.

Nhựa phenol mà đã được sử dụng trong vài thập kỷ làm chất kết dính đang dần dần được thay thế bằng các sản phẩm được tạo ra từ các nguồn có thể tái chế và phát xạ rất ít hoặc không có formaldehyt, hợp chất này được xem là có thể gây hại đến sức khỏe của con người.

Ví dụ, US 2011/0223364 đã bộc lộ việc kết dính các sợi khoáng với các chế phẩm hồ sợi nền nước không chứa formaldehyt chứa hydrat cacbon và axit polycarboxylic làm các tác nhân hóa rắn nhờ nhiệt.

Tuy nhiên, chế phẩm hồ sợi trên cơ sở đường khử có nhược điểm là gây ra các phản ứng tạo màu (phản ứng caramen hóa, phản ứng Maillard) nên khó, nếu không muốn nói là không thể, tạo ra được các sản phẩm màu trong suốt.

Chủ đơn đã đề cập đến trong các Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2010/029266 và WO 2013/014399 các chất kết dính, có thành phần chính, không phải là đường khử, mà là đường được hydro hóa, còn được biết đến là rượu đường. Các chất này có khả năng bền nhiệt cao hơn đáng kể so với đường khử và không gây ra các phản ứng Maillard và/hoặc caramen hóa.

Tuy nhiên, các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng và các thể hệ mới của chất kết dính "xanh" này là tương đối hút ẩm và bảo toàn các đặc tính cơ học của chúng theo thời gian ít hơn nhiều so với các sản phẩm có nhiều màu hơn được tạo ra với đường khử. Để bù lại việc mất đi các đặc tính cơ học sau một khoảng thời gian lão hóa nhất định của các sản phẩm ngăn cách này, thường cần phải gia tăng tỷ lệ chất kết dính khoảng từ 10% đến 20%, điều này không chỉ làm gia tăng chi phí của thành phẩm, mà còn làm giảm phản ứng của nó với lửa.

Trong quá trình nghiên cứu nhằm làm cải thiện các đặc tính cơ học của sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng được kết dính bằng các chất kết dính “không màu”, tức là được sản xuất từ đường được hydro hóa, bất ngờ chủ đơn phát hiện ra rằng một số hợp chất, được biết đến là chất kết nối, tạo ra sự cải thiện đáng ngạc nhiên về các đặc tính cơ học của sản phẩm ngăn cách thu được, với điều kiện là các chất này được sử dụng với nồng độ cao hơn nồng độ cần thiết đối với chức năng làm chất kết nối của chúng.

Sử dụng silan chức làm chất kết hợp để cải thiện độ kết dính của các vật liệu hữu cơ với bề mặt khoáng như thủy tinh đã được biết đến một cách rộng rãi và là thực tiễn rất phổ biến. Silan chức thường bao gồm ít nhất một, tốt hơn là hai hoặc ba, nhóm chức alkoxysilyl có thể thủy phân, có khả năng phản ứng với nhóm silanol ở bề mặt của thủy tinh và ít nhất một nhóm chức phản ứng (oxiran, amin) được mang bởi nhóm hữu cơ không thủy phân, liên kết với nguyên tử silic qua liên kết Si-C. Chức hữu cơ này thường được chọn sao cho có thể phản ứng với pha hữu cơ.

Để thu được tác dụng gắn kết chất kết dính-thủy tinh tốt, thường phải bổ sung chất kết hợp với lượng nhỏ hơn 1% khối lượng (của chất rắn) vào chế phẩm hồ sợi. Phải thừa nhận là, giải pháp đã biết bao gồm các đơn sáng chế có đề cập đến nồng độ cao hơn của chất kết hợp (ví dụ, xem US 2011/0223364), nhưng các ví dụ và các phương án được ưu tiên thường đề cập đến các nồng độ xấp xỉ 0,5%, điều này làm cho giá thành của các hợp chất này tương đối cao.

Các chất kết hợp được sử dụng phổ biến nhất là aminosilan. Chất này tương đối rẻ tiền so với epoxysilan và có, với độ pH trung tính, độ bền hóa học cho phép các chế phẩm hồ sợi được điều chế trước một thời gian dài.

Epoxysilan không những đắt hơn aminosilan, mà còn có nhược điểm khác ở chỗ chức epoxy bị thủy phân khá nhanh khi có nước, khiến cho diol phản ứng ít hơn nhiều.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế dựa trên sự phát hiện khá bất ngờ rằng epoxysilan, không giống aminosilan, làm cải thiện đáng kể độ bền lão hóa của các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng và chất kết dính chứa đường được hydro hóa, khi chúng được sử dụng ở nồng độ lớn hơn 2% khối lượng.

Do đó, sáng chế đề xuất chế phẩm hồ sợi nền nước dùng cho các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, chế phẩm này bao gồm:

(a) ít nhất một sacarit được chọn từ đường khử, đường được hydro hóa và hỗn hợp của chúng, tỷ lệ của đường được hydro hóa trong sacarit nằm trong khoảng từ 25% đến 100% khối lượng,

(b) ít nhất một monome axit polycarboxylic hoặc muối hoặc anhydrit của axit này, và

(c) ít nhất một epoxysilan với lượng lớn hơn 2,0% khối lượng, tính theo tổng lượng các thành phần (a) và (b).

Thành phần (a) của chế phẩm hồ sợi theo sáng chế có thể chỉ bao gồm đường được hydro hóa và không chứa đường khử. Phương án này có ưu điểm vì nó làm cho sản phẩm ngăn cách được tạo màu đặc biệt mờ nhạt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thuật ngữ “sacarit” trong bản mô tả này có nghĩa rộng hơn thông thường, vì nó bao gồm không chỉ các sacarit theo nghĩa hẹp, tức là, đường khử hoặc hydrat cacbon có công thức $C_n(H_2O)_p$ mang ít nhất một nhóm aldehyt hoặc nhóm keton (nhóm khử), mà còn bao gồm các sản phẩm của sự hydro hóa các hydrat cacbon này trong đó nhóm aldehyt hoặc keton được khử.

Theo sáng chế này, thuật ngữ “đường được hydro hóa” có nghĩa là tất cả các sản phẩm thu được từ việc khử sacarit được chọn từ monosacarit, disacarit, oligosacarit và polysacarit và hỗn hợp của các sản phẩm này.

Tốt hơn, nếu đường được hydro hóa là sản phẩm hydro hóa của sản phẩm thủy phân tinh bột.

Sản phẩm thủy phân tinh bột là sản phẩm thu được bằng thủy phân tinh bột có enzym và/hoặc axit. Mức độ thủy phân thường được đặc trưng bởi đương lượng dextroza (dextrose equivalent-DE), được xác định bởi quan hệ sau:

$$DE = 100 \times \left(\frac{\text{số lượng liên kết glycosit đứt gãy}}{\text{số lượng liên kết glycosit trong tinh bột ban đầu}} \right)$$

Sản phẩm thủy phân tinh bột được ưu tiên có, trước bước hydro hóa, DE nằm trong khoảng từ 5 đến 99 và có lợi nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 80.

Việc hydro hóa sacarit có thể được thực hiện thông qua các phương pháp đã biết thực hiện trong các điều kiện áp suất hydro cao và nhiệt độ cao, với sự có mặt của chất xúc tác được chọn từ các nguyên tố thuộc nhóm IB, IIB, IVB, VI, VII và VIII của bảng tuần hoàn, tốt hơn là từ nhóm gồm niken, platin, paladi, coban và molybden và hỗn hợp của chúng. Chất xúc tác được ưu tiên là niken Raney. Sự hydro hóa biến đổi đường hoặc hỗn hợp đường (sản phẩm thủy phân tinh bột) thành polyol hoặc rượu đường.

Theo các ví dụ về đường được hydro hóa, có thể kể đến erythritol, arabitol, xylitol, sorbitol, manitol, iditol, maltitol, isomaltitol, lactitol, xelobitol, palatinitol, maltotritol và các sản phẩm của quá trình hydro hóa các sản phẩm thủy phân tinh bột.

Tốt hơn là sản phẩm hydro hóa của các sản phẩm thủy phân tinh bột sẽ được sử dụng.

Tốt hơn, nếu đường được hydro hóa hoặc hỗn hợp các đường được hydro hóa chủ yếu chứa, tức là hơn 50% khối lượng, maltitol (sản phẩm của quá trình hydro hóa maltoza, dime glucoza thu được từ việc thủy phân tinh bột bằng enzym).

Theo một phương án khác, thành phần (a) có thể chứa đến 75% khối lượng của một hoặc nhiều đường khử, ngoài (các) đường được hydro hóa. Sản phẩm ngăn cách có thành phần chính sợi khoáng được tạo ra với chế phẩm hồ sợi có hàm lượng nhất định đường khử có nhiều màu hơn tương đối, nhưng có thể có lợi ích về mặt kinh tế thực sự do đường khử hoặc hỗn hợp các đường được hydro hóa không hoàn toàn có giá thành thấp.

Hàm lượng đường được hydro hóa của sacarit (thành phần (a)) tốt hơn ít nhất bằng 30% khối lượng, cụ thể ít nhất bằng 50% khối lượng và lý tưởng ít nhất bằng 70% khối lượng.

Đường khử bao gồm các ose (monosacarit) và osit (disacarit, oligosacarit và polysacarit).

Theo ví dụ về monosacarit, có thể kể đến các monosacarit có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn là aldoza và có lợi là aldoza có từ 5 đến 7 nguyên tử cacbon. Aldoza được đặc biệt ưu tiên là các aldoza tự nhiên (thuộc loại D), đặc biệt là hexoza như glucoza, manoza và galactoza.

Lactoza hoặc maltoza là các ví dụ về disacarit có thể được sử dụng làm đường khử.

Polysacarit mà có thể được sử dụng đối với sáng chế này tốt hơn có khối lượng mol trung bình khối lượng nhỏ hơn 100000, tốt hơn là nhỏ hơn 50000 và có lợi nếu nhỏ hơn 10000.

Tốt hơn, nếu polysacarit chứa ít nhất một đơn vị được chọn từ các aldoza nêu trên, có lợi là glucoza. Polysacarit khử mà chủ yếu chứa (hơn 50% khối lượng) các đơn vị glucoza được đặc biệt ưu tiên.

Đường khử đặc biệt có thể là hỗn hợp của monosacarit, oligosacarit và polysacarit, đặc biệt là dextrin.

Dextrin là các hợp chất tương ứng với công thức chung $(C_6H_{10}O_5)_n$. Hợp chất này thu được bằng cách thủy phân một phần tinh bột. Có lợi, nếu DE của hợp chất này nằm trong khoảng từ 5 đến 99 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 80.

Có lợi, nếu thành phần (a), tức là sacarit bao gồm đường được hydro hóa tùy ý được trộn với đường khử, chiếm từ 30% đến 70% khối lượng và tốt hơn nếu từ 40% đến 60% khối lượng chất rắn của chế phẩm hồ sợi.

Thành phần (b) là monome axit polycarboxylic. Thành phần này có thể là axit dicarboxylic, tricarboxylic hoặc tetracarboxylic.

Axit dicarboxylic bao gồm, ví dụ, axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit malic, axit tartaric, axit tartronic, axit aspartic, axit glutamic, axit fumaric, axit itaconic, axit maleic, axit traumatic, axit camphoric, axit phthalic và dẫn xuất của chúng, đặc biệt chứa ít nhất

một nguyên tử bo hoặc clo, axit tetrahydrophthalic hoặc dẫn xuất của chúng, đặc biệt chứa ít nhất một nguyên tử clo như axit clorendic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit mesaconic và axit xitraconic;

Axit tricarboxylic bao gồm, ví dụ, axit xitric, axit tricarbalylic, axit 1,2,4-butantricarboxylic, axit aconitic, axit hemimelitic, axit trimelitic và axit trimesic;

Ví dụ về axit tetracarboxylic mà có thể được đề cập bao gồm axit 1,2,3,4-butantricarboxylic và axit pyromelitic.

Tốt hơn, nếu axit xitric sẽ được sử dụng.

Có lợi, nếu thành phần (b), tức là monome axit polycarboxylic, chiếm từ 30% đến 70% khối lượng và tốt hơn từ 40% đến 60% khối lượng chất rắn của chế phẩm hồ sợi theo sáng chế.

Tỷ lệ khối lượng của thành phần (a) với thành phần (b) tốt hơn nằm trong khoảng từ 70/30 đến 30/70 và cụ thể là nằm trong khoảng từ 60/40 đến 40/60.

Như được giải thích ở phần tình trạng kỹ thuật, sự có mặt của epoxysilan ở nồng độ cao là đặc điểm kỹ thuật cơ bản theo sáng chế.

Có lợi, nếu chế phẩm hồ sợi theo sáng chế chứa ít nhất một epoxysilan với lượng từ 2,1% đến 7% khối lượng, tốt hơn từ 2,3% đến 6% khối lượng, cụ thể là từ 2,5% đến 5% khối lượng và lý tưởng là từ 3% đến 4,5% khối lượng, tỷ lệ phần trăm này được biểu thị so với tổng của các thành phần (a) và (b).

Hàm lượng của epoxysilan càng cao, tác dụng chống lão hóa càng được thấy rõ. Tuy nhiên, chi phí của epoxysilan tương đối cao làm hạn chế hàm lượng epoxysilan được sử dụng.

Tuy nhiên, có khả năng việc gia tăng giá thành của chế phẩm hồ sợi, là kết quả việc sử dụng epoxysilan ở nồng độ cao, được bù bằng khả năng sử dụng chế phẩm hồ sợi ít hơn.

Epoxysilan theo sáng chế có thể là trialkoxysilan hoặc dialkoxysilan, tức là, hợp chất này có thể bao gồm hai hoặc ba chức alkoxy có thể bị thủy phân thành chức silanol. Trialkoxysilan là đặc biệt được ưu tiên.

Có lợi, nếu nhóm alkoxy là nhóm metoxy hoặc etoxy, nhóm metoxy, có khả năng phản ứng hơn nhóm etoxy, được ưu tiên.

Có lợi, nếu epoxysilan được sử dụng theo sáng chế để cải thiện độ bền lão hóa của các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng được gắn kết bằng chất kết dính trên cơ sở đường được hydro hóa được chọn từ nhóm gồm 3-glycidyoxypropyl-trialkoxysilan, 3-glycidoxypropyl-dialkoxy-alkylsilan, epoxyxyclohexyletyltrialkoxysilan và epoxyxyclohexyletyldialkoxyalkyl-silan.

3-glycidyoxypropyl-trialkoxysilan là đặc biệt có lợi và trong số các chất này, chủ đơn thu được các kết quả hoàn hảo với (3-glycidyoxypropyl)trimetoxysilan, được bán, ví dụ, dưới tên GLYMO do công ty Evonik sản xuất, dưới tên Z-6040 do công ty Dow Corning sản xuất hoặc dưới OFS-6040 do công ty Xiameter sản xuất.

Chế phẩm hồ sợi cũng có thể bao gồm chất xúc tác có thể được chọn từ bazơ Lewis và axit Lewis, như đất sét, silic oxit keo hoặc không keo, amin hữu cơ, amoni bậc bốn, oxit kim loại, sulfat kim loại, clorua kim loại, ure sulfat, ure clorua và chất xúc tác trên cơ sở silicat.

Chất xúc tác cũng có thể là hợp chất chứa phospho, ví dụ, hypophosphit kim loại kiềm, phosphat kim loại kiềm, polyphosphat kim loại kiềm, hydro phosphat kim loại kiềm, axit phosphoric hoặc axit alkylphosphonic. Tốt hơn nếu kim loại kiềm là natri hoặc kali.

Chất xúc tác cũng có thể là hợp chất chứa flo và bo, ví dụ, axit tetrafloroboric hoặc muối của axit này, đặc biệt là tetrafloroborat của kim loại kiềm như natri hoặc kali, tetrafloroborat của kim loại kiềm thổ như canxi hoặc magie, kẽm tetrafloroborat và amoni tetrafloroborat.

Tốt hơn, nếu chất xúc tác là natri hypophosphit, natri phosphit hoặc hỗn hợp của các hợp chất này.

Lượng chất xúc tác được đưa vào chế phẩm hồ sợi thường không nhiều hơn 20% khối lượng và có lợi là nằm trong khoảng từ 1% đến 10% khối lượng so với tổng khối lượng của các thành phần (a) và (b).

Chế phẩm hồ sợi theo sáng chế cũng có thể bao gồm các chất phụ gia thông thường dưới đây với tỷ lệ sau đây được tính toán trên cơ sở 100 phần khối lượng của thành phần (a) + (b):

từ 0 đến 40 phần và tốt hơn là từ 4 đến 25 phần dầu hoặc nhũ tương dầu,
từ 0 đến 5 phần hợp chất kỵ nước, cụ thể là silicon,

từ 0 đến 20 phần polyol không phải là đường được hydro hóa,

từ 0 đến 30 phần và tốt hơn là từ 0 đến 20 phần ure,

từ 0 đến 30 phần chất độn được chọn từ các dẫn xuất lignin như amoni lignosulfonat (ammonium lignosulfonate-ALS) hoặc natri lignosulfonat và protein động vật hoặc thực vật.

Vai trò của các chất phụ gia là đã biết và được nhắc lại một cách vắn tắt:

Dầu là các chất chống bụi và chất kỵ nước; ure có tác dụng làm chất dẻo hóa và cũng có thể có tác dụng điều chỉnh thời gian tạo gel của chế phẩm hồ vãi sao cho tránh các vấn đề tạo gel trước; chất độn là chất độn hữu cơ tan hoặc phân tán trong chế phẩm hồ vãi, mà đặc biệt có thể làm giảm giá thành của chế phẩm.

Chất kỵ nước tốt hơn là silicon phản ứng, tức là polydiorganosiloxan mang ít nhất một chức hydroxyl (silanol), carboxyl, anhydrit, amin, epoxy hoặc chức vinyl có khả năng phản ứng với ít nhất một trong các thành phần của chế phẩm hồ sợi và/hoặc với nhóm silanol của bề mặt thủy tinh.

Tốt hơn, nếu silicon phản ứng là chất lỏng ở nhiệt độ trong phòng. Khối lượng mol trung bình của nó thường nhỏ hơn hoặc bằng 50 000 và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10 000.

Tốt hơn, nếu silicon phản ứng bao gồm một chức phản ứng, có lợi là chức silanol, ở mỗi đầu mạch của nó.

Chức phản ứng của silicon phản ứng có thể bị phong bế bằng nhóm bảo vệ mà giải phóng chức phản ứng này dưới tác dụng của nhiệt. Tỷ lệ của silicon phản ứng trong chế phẩm hồ sợi thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 phần, tốt hơn là từ 0,3 đến 3 phần, có lợi là từ 0,5 đến 2,5 phần và tốt hơn nữa là từ 0,7 đến 1,8 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của tổng các thành phần (a) và (b).

Việc điều chế chế phẩm hồ sợi được thực hiện bằng cách trộn đơn giản các thành phần nêu trên với nước.

Chế phẩm hồ sợi được dự định để dùng cho các sợi khoáng, đặc biệt là sợi thủy tinh hoặc sợi bông khoáng.

Đối tượng của sáng chế cũng là quy trình sản xuất sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, bao gồm

- sử dụng chế phẩm hồ sợi nền nước như được mô tả trên đây lên các sợi bông

khoáng, và

- làm bay hơi pha dung môi của chế phẩm hồ sợi nền nước và hóa rắn nhiệt phần còn lại không bay hơi của chế phẩm này.

Thông thường, chế phẩm hồ sợi được phóng ra bằng cách phun lên các sợi khoáng ở đầu ra của thiết bị ly tâm và trước khi các sợi này được thu gom ở bộ phận nhận ở dạng lớp sợi mà sau đó được xử lý ở nhiệt độ cho phép liên kết ngang chế phẩm hồ sợi và tạo thành chất kết dính không thể nóng chảy được. Sự liên kết ngang của chế phẩm hồ vải theo sáng chế xảy ra ở nhiệt độ có thể so sánh với nhiệt độ của nhựa phenol-formaldehyt chuẩn, ở nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng 110°C, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 130°, và có lợi nếu lớn hơn hoặc bằng 140°C.

Khả năng phản ứng cao của epoxysilan ngăn chặn việc tạo ra chế phẩm hồ sợi trước một thời gian dài. Theo một phương án được ưu tiên, quy trình theo sáng chế thường bao gồm bước điều chế chế phẩm hồ sợi nền nước, ít hơn 24 giờ, tốt hơn là ít hơn 4 giờ, đặc biệt ít hơn 1 giờ và lý tưởng là ít hơn 15 phút trước bước sử dụng lên các sợi, tốt hơn là epoxysilan được trộn với chế phẩm hồ sợi nền nước chứa tất cả các thành phần khác.

Có lợi, nếu chế phẩm hồ sợi có độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 4, cụ thể là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 3,5 và lý tưởng là gần bằng 3.

Sản phẩm cách âm và/hoặc cách nhiệt thu được bằng quy trình theo sáng chế từ các sợi được hồ này cũng tạo thành một đối tượng của sáng chế.

Các sản phẩm này thường ở dạng đệm hoặc phốt bông khoáng thủy tinh hoặc đá, hoặc theo cách khác là ở dạng tấm vải sợi khoáng, sợi thủy tinh hoặc sợi đá, đặc biệt được dự định để tạo thành lớp phủ bề mặt của đệm hoặc phốt này. Khi thành phần (a) chứa một tỷ lệ rất nhỏ đường khử, sản phẩm này có màu trắng đặc biệt có lợi.

Ngoài ra, sản phẩm ngăn cách có sức chống mạnh đối với sự phát triển của vi sinh vật, đặc biệt là nấm mốc, do bản chất không thể lên men của đường được hydro hóa.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Chất kết dính trên cơ sở đường được hydro hóa

Chế phẩm hồ sợi bao gồm các thành phần được nêu trong Bảng 1, được biểu thị theo phần khối lượng, được điều chế.

Chế phẩm hồ sợi được điều chế bằng cách cho, vào một thùng chứa, nước (khoảng 80% chế phẩm cuối), đường được hydro hóa (xirô maltitol), axit xitric, natri hypophosphit (chất xúc tác), nhũ tương dầu chống bụi, nhũ tương silicon và cuối cùng là epoxysilan (hoặc aminosilan so sánh) đồng thời khuấy mạnh cho đến khi các thành phần tan hoàn toàn.

Bông thủy tinh được sản xuất bằng kỹ thuật ly tâm trong đó các chế phẩm thủy tinh nóng chảy được biến đổi thành các sợi bằng phương tiện của một dụng cụ được biết đến là "đĩa ly tâm", bao gồm một thùng tạo thành buồng để nhận chế phẩm nóng chảy và băng chu vi được chọc thủng bằng vô số lỗ: đĩa này được điều khiển quay quanh trục thẳng đứng được bố trí đối xứng của nó, chế phẩm này được phun ra qua các lỗ dưới tác dụng của lực ly tâm và vật liệu thoát ra khỏi các lỗ được kéo thành sợi với sự hỗ trợ của dòng khí kéo.

Thông thường, vành phun hồ vải được bố trí ở dưới đĩa kéo sợi để phân phối đồng đều chế phẩm hồ sợi lên bông thủy tinh vừa được tạo ra.

Bông khoáng đã được hồ như vậy được thu gom trên băng chuyền được trang bị các khoảng hút bên trong để giữ bông khoáng ở dạng đệm hoặc phốt trên bề mặt của băng chuyền. Sau đó, băng chuyền luân chuyển trong lò được duy trì ở nhiệt độ 270°C ở đó các thành phần hồ vải polyme hóa để tạo ra chất kết dính. Sản phẩm ngăn cách thu được có tỷ trọng danh nghĩa bằng 17,5 kg/m³, độ dày danh nghĩa khoảng 75mm và hao hụt khi nung của bước này là 5%.

Các đặc tính của chế phẩm hồ sợi được nêu trong Bảng 1 dưới đây được đánh giá so với chế phẩm hồ sợi chuẩn chứa nhựa phenol-formaldehyt và ure (đối chứng) được tạo ra theo ví dụ 2, thử nghiệm 1 của WO 01/96254 A1.

Độ bền kéo được đo theo phương pháp ASTM C 686-71T chuẩn trên mẫu được cắt ra bằng cách dập khuôn từ sản phẩm ngăn cách. Mẫu ở dạng vòng có độ dài 122mm, độ rộng 46mm, bán kính cong của miếng cắt của mép ngoài là 38mm và bán kính cong của miếng cắt của mép trong bằng 12,5mm.

Mẫu được đặt ở giữa hai trục giá hình trụ của máy thử nghiệm, một trong hai trục di động và chuyển động với vận tốc không đổi. Lực phá vỡ F của mẫu được đo và độ

bền kéo TS, được xác định bằng tỷ lệ của lực phá vỡ F (theo N) với khối lượng của mẫu (theo gam), được tính toán.

Độ bền kéo được đo ngay sau khi sản xuất (độ bền kéo ban đầu) và sau khi sự lão hóa được thúc đẩy trong nồi hấp ở nhiệt độ 105°C với độ ẩm tương đối là 100% trong 15 phút.

“Độ phục hồi độ dày” biểu thị môđun đàn hồi nén của thành phẩm. Để xác định được mức phục hồi độ dày, áp suất nén được sử dụng, trong một khoảng thời gian nhất định, sao cho độ dày được giảm xuống bằng 1/4,8 trị số ban đầu của nó. Sau khi giải phóng áp suất nén này, độ dày được đo lại. Mức phục hồi độ dày là tỷ lệ độ dày đo được sau khi giải phóng áp suất nén với độ dày ban đầu.

Bảng 1

Mẫu	1	2	3	4*	Đối chứng
Nhựa phenolic R225	-	-	-	-	100
Đường được hydro hóa (Maltelite®5575)	48	48	48	48	-
Axit xitric	52	52	52	52	-
Natri hypophosphit	5	5	5	5	-
Nhũ dịch dầu chống bụi (HydroWax® 88)	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5
Amoni sulfat	-	-	-	-	3
Nhũ dịch silicon (DC1581)	2,1	2,1	2,1	2,1	-
Aminosilan	0,5	-	-	-	0,5
Epoxysilan (GLYMO®)	-	0,5	1,5	3	-
TS (theo N/g)					
Trước khi lão hóa	4,5	4,3	4,5	5,0	5,0
Sau khi lão hóa	2,9	3,1	3,6	4,2	4,4
Hao hụt khi nung	5,2	5,2	5,2	5,2	4,7
Mức độ phục hồi độ dày (%)					
Sau 1 giờ	108	106	-	106	107
Sau 30 phút	98	97	96	96	102

*theo sáng chế

Có thể nhận thấy rằng độ bền kéo của mẫu 4 được điều chế theo sáng chế có độ bền kéo trước khi lão hóa tương đương với độ bền kéo của mẫu đối chứng, còn tất cả các mẫu so sánh (mẫu số. 1 đến 3) có độ bền kéo trước khi lão hóa nhỏ hơn ít nhất 10% so với độ bền kéo của mẫu đối chứng.

Ngoài ra, việc giảm độ bền kéo sau khi lão hóa thấp hơn đáng kể đối với mẫu theo sáng chế so với ba mẫu so sánh.

Kết quả này thể hiện rằng việc sử dụng epoxysilan ở nồng độ cao (3% của GLYMO) có thể làm giảm đáng kể sự suy giảm độ bền kéo của sản phẩm ngăn cách được điều chế bằng chất kết dính chỉ trên cơ sở đường được hydro hóa.

Trị số về độ phục hồi độ dày có vẻ không phụ thuộc vào nồng độ của epoxysilan.

Ví dụ 2

Chất kết dính trên cơ sở đường được hydro hóa và đường khử

Quy trình này được thực hiện theo cách thức được mô tả trong Ví dụ 1, nhưng sử dụng, làm sacarit, hỗn hợp gồm đường được hydro hóa (xirô maltitol) và đường khử (xirô glucoza). Bảng 2 mô tả các phần khối lượng của chế phẩm hồ sợi được sử dụng và các đặc tính cơ học của các mẫu bông khoáng thu được.

Bảng 2

Mẫu	5	6	7	8	9	10	11*	12*
Đường khử (Roclys [®] C3072S)	31	31	31	31	31	31	31	31
(Maltlite [®] 5575)	24	24	24	24	24	24	24	24
Axit xitric	45	45	45	45	45	45	45	45
Natri hypophosphit	5	5	5	5	5	5	5	5
Nhũ tương dầu (HydroWax [®] 88)	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5
Nhũ tương silicon (DC1581)	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1
Aminosilan								
Epoxysilan	0,5	1	2	3	-	-	-	-
	-	-	-	-	0,5	1	2,1	3
TS (theo N/g)								
Trước khi lão hóa								
Sau khi lão hóa	4,3	4,3	4,1	4,1	4,3	4,2	4,3	4,5
	3,1	3,4	3,4	3,2	3,4	3,1	3,6	3,7
Hao hụt khi nung	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2
Mức độ phục hồi độ dày (%)								
Sau 1 giờ								
Sau 30 ngày	103	107	108	108	106	104	107	107
	91	93	94	97	97	97	99	96

*theo sáng chế

Nhận thấy rằng độ bền kéo của các mẫu được điều chế theo sáng chế (mẫu số 11 và 12) là tốt hơn cả trước khi lão hóa và sau khi lão hóa, so với các mẫu chứa ít hơn epoxysilan (mẫu số 9 và 10), cũng so với các mẫu chứa aminosilan với lượng tương đương (mẫu số 7 và 8).

Như đã nêu trong Ví dụ 1, trị số phục hồi độ dày đối với thành phẩm có vẻ không phụ thuộc vào bản chất hóa học và nồng độ của silan.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm hồ sợi nền nước cho các sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, chế phẩm này bao gồm:

(a) ít nhất một sacarit được chọn từ đường khử, đường được hydro hóa và hỗn hợp của chúng, tỷ lệ của đường được hydro hóa trong sacarit nằm trong khoảng từ 25% đến 100% khối lượng,

(b) ít nhất một monome axit polycarboxylic hoặc muối hoặc anhydrit của axit này, và

(c) ít nhất một epoxysilan với lượng lớn hơn 2,0% khối lượng, tính theo tổng lượng các thành phần (a) và (b).

2. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa ít nhất một epoxysilan với lượng nằm trong khoảng từ 2,1% đến 7% khối lượng, tốt hơn là từ 2,3% đến 6% khối lượng, cụ thể là từ 2,5% đến 5% khối lượng, và tốt nhất là từ 3% đến 4,5% khối lượng, các tỷ lệ phần trăm này được tính theo tổng lượng của các thành phần (a) và (b).

3. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, epoxysilan được chọn từ 3-glyxidoxypropyl-trialkoxysilan, 3-glyxidoxypropyl-diialkoxy-alkylsilan, epoxyxyclo-hexyletyltrialkoxysilan, epoxyxyclohexyletylđialkoxyalkyl-silan, tốt hơn là 3-glyxidoxypropyl-trialkoxysilan.

4. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, sacarit chứa ít nhất 30% khối lượng, tốt hơn là ít nhất 50% khối lượng, và cụ thể ít nhất là 70% khối lượng đường được hydro hóa.

5. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, đường được hydro hóa được chọn từ các sản phẩm hydro hóa của monosacarit, đisacarit, oligosacarit và polysacarit, và hỗn hợp của chúng.

6. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, đường được hydro hóa là sản phẩm hydro hóa của sản phẩm thủy phân tinh bột.

7. Chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, axit polycarboxylic là axit xitric.

8. Quy trình sản xuất sản phẩm ngăn cách trên cơ sở bông khoáng, quy trình này bao

gồm các bước:

- phủ chế phẩm hồ sợi nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên lên sợi bông khoáng,

- làm bay hơi pha dung môi của chế phẩm hồ sợi nền nước và hóa rắn nhiệt phần còn lại không bay hơi của chế phẩm này.

9. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, quy trình này còn bao gồm bước điều chế chế phẩm hồ sợi nền nước được thực hiện trước bước phủ lên sợi dưới 24 giờ, tốt hơn là dưới 4 giờ và đặc biệt là dưới 1 giờ.

10. Sản phẩm cách âm thu được bằng quy trình theo một trong hai điểm 8 và 9.

11. Sản phẩm cách nhiệt thu được bằng quy trình theo một trong hai điểm 8 và 9.