



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

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

(11)



1-0042533

(51)^{2020.01} C03C 25/1095; D04H 1/64; D04H
1/587; C03C 25/34; D04H 1/4218

(13) B

(21) 1-2021-03733

(22) 08/01/2020

(86) PCT/FR2020/050026 08/01/2020

(87) WO 2020/144436 A1 16/07/2020

(30) 1900256 11/01/2019 FR

(45) 27/01/2025 442

(43) 25/10/2021 403

(73) SAINT-GOBAIN ISOVER (FR)

Tour Saint-Gobain, 12 Place de l'Iris, 92400 Courbevoie, France

(72) LEGRAND, Aurélie (FR); OBERT, Edouard (FR); TOULEMON, Delphine (FR).

(74) Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM CHẤT GẮN KẾT NỀN NƯỚC, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM CÁCH NHIỆT CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ SỢI HỮU CƠ HOẶC SỢI KHOÁNG VÀ SẢN PHẨM CÁCH NHIỆT THU ĐƯỢC BẰNG PHƯƠNG PHÁP NÀY

(21) 1-2021-03733

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chất gắn kết nền nước và phương pháp sản xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi hữu cơ hoặc sợi khoáng, bao gồm các bước: phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước cho sợi hữu cơ hoặc sợi khoáng, tốt hơn là sợi bông khoáng; làm nóng các sợi được gắn kết bằng chế phẩm chất gắn kết nền nước để làm bay hơi pha dễ bay hơi của chế phẩm chất gắn kết nền nước và gây ra sự đóng rắn bằng nhiệt của phần không bay hơi còn lại, hoặc đóng gói các sợi hữu cơ hoặc sợi khoáng gắn kết bằng chế phẩm chất gắn kết nền nước nhằm mục đích bảo quản và/hoặc vận chuyển, chế phẩm chất gắn kết nền nước có độ pH từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là từ 1,5 đến 5,0, và bao gồm: a) ít nhất một hydrat cacbon được chọn từ đường hydro hóa, đường khử, đường không khử và hỗn hợp của chúng, (b) ít nhất một axit polycarboxylic hoặc anhydrit của axit này, (c) từ 1 đến 35% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin tan trong nước bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và các sản phẩm ngưng của phenol-formaldehyt-amin. Sáng chế còn đề cập đến sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, thu được bằng phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi, cụ thể là có thành phần chính là bông khoáng, bằng cách sử dụng chế phẩm chất gắn kết chứa thành phần hydrat cacbon, ít nhất một axit polycarboxylic hoặc anhydrit, và nhựa phenol chứa amin, nhựa này tan trong nước và ổn định trong môi trường axit.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sản xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi bông khoáng thường bao gồm bước sản xuất các sợi thủy tinh hoặc sợi đá bằng phương pháp ly tâm. Trên đường đi của chúng giữa thiết bị ly tâm và băng tải thu sợi, chế phẩm hồ nước, còn được gọi là chất gắn kết, được phun lên các sợi vẫn còn nóng, chất gắn kết sau đó chịu phản ứng nhiệt rắn ở nhiệt độ khoảng 200°C.

Nhựa phenol đã được dùng trong vài thập kỷ làm chất gắn kết ngày càng được thay thế bởi các sản phẩm có nguồn gốc từ các nguồn tái tạo và không thải ra, hoặc chỉ thải ra lượng formaldehyt rất nhỏ, đây là hợp chất được xem là có hại cho sức khỏe con người.

Do đó, ví dụ, từ WO2009/0809038, đã biết đến cách gắn kết các sợi khoáng bằng các chế phẩm hồ nước không chứa formaldehyt mà chứa hydrat cacbon và axit polycarboxylic, làm chất phản ứng tạo liên kết ngang nhờ nhiệt.

Đơn WO2007/014236 bộc lộ chất gắn kết nền nước không chứa formaldehyt, bao gồm chất phản ứng Maillard, cụ thể là các đường khử và các hợp chất chứa amin.

Các chế phẩm hồ sợi có thành phần chính là đường khử này có nhược điểm là làm phát sinh các phản ứng tạo màu (phản ứng caramen hóa, phản ứng Maillard), gây ra khó khăn, hoặc thậm chí không thể, thu được các sản phẩm có màu sáng.

Người nộp đơn đề xuất, trong các đơn đăng ký sáng chế số WO2010/029266 và WO2013/014399 của họ, chất gắn kết không có thành phần chính là đường khử mà có thành phần chính là đường hydro hóa, còn được gọi là rượu đường. Những chất phản ứng này có độ bền nhiệt cao hơn đáng kể so với đường khử và không làm phát sinh các phản ứng Maillard và/hoặc caramen hóa.

Chất gắn kết không chứa formaldehyt chứa cả đường hydro hóa lẫn đường khử hoặc không khử đã được mô tả lần lượt trong các đơn số WO2013/021112 và WO2015/159012 dưới tên của Người nộp đơn.

Tuy nhiên, các sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là bông khoáng và chất gắn kết có thành phần chính là hydrat cacbon (đường khử, đường không khử, đường hydro hóa) tương đối hút ẩm và giữ được các đặc tính cơ học của chúng theo thời gian kém hơn so với các sản phẩm được sản xuất bằng chất gắn kết phenol (nhựa rezol), đặc biệt là ở độ ẩm cao. Để bù việc mất đi các đặc tính cơ học sau một khoảng thời gian lão hóa nhất định của các sản phẩm cách nhiệt này, nói chung cần tăng tỷ lệ chất gắn kết khoảng từ 10% đến 20%, điều này không những làm tăng giá thành của sản phẩm cuối cùng mà còn ảnh hưởng xấu đến phản ứng của nó với lửa.

Người nộp đơn đề xuất, trong đơn WO2015/132518, để cải thiện khả năng chống lão hóa của các sản phẩm cách nhiệt bông khoáng được gắn kết bằng chất gắn kết có thành phần chính là đường hydro hóa, tùy ý trong hỗn hợp với đường khử, bằng cách kết hợp lượng epoxysilan tương đối lớn vào chế phẩm chất gắn kết.

Các tác giả sáng chế cũng đã sử dụng thành công rượu đơn chức vừa kỵ nước vừa hòa tan trong nước, như phenoxietanol, để giảm độ nhạy cảm đối với độ ẩm của các sản phẩm cách nhiệt đó (xem WO2015/181458).

Tuy nhiên, epoxysilan và rượu đơn chức kỵ nước được dùng trong các chế phẩm chất gắn kết này có thể làm tăng giá thành của chúng.

Trong quá trình nghiên cứu với mục đích tìm ra các giải pháp khác, cụ thể là các giải pháp kinh tế hơn, để cải thiện các đặc tính cơ học và khả năng chống lão hóa của các sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là các sợi được gắn kết bởi chất gắn kết có thành phần chính là hydrat cacbon, các chế phẩm chất gắn kết đã được thử nghiệm bởi người nộp đơn chứa lượng nhỏ nhựa phenol (nhựa rezol). Tuy nhiên, những thử nghiệm này không có kết quả, vì nhựa phenol thông thường, bao gồm sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt (nhựa PF) hoặc sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt và ure/formaldehyt (nhựa PFU), cho thấy không ổn định. Thật vậy, các chất này phản ứng và kết tủa nhanh chóng, ngay cả ở nhiệt độ môi trường, khi chúng tiếp xúc với các chế phẩm chất gắn kết nền nước có thành phần chính là đường và axit polycarboxylic được mô tả trong phần giới thiệu (WO2009/0809038, WO2010/029266, WO2013/014399, WO2013/021112,

WO2015/159012, WO2015/132518, WO2015/181458). Người nộp đơn cho rằng sự không ổn định này của nhựa PF và PFU là do độ pH axit của các chế phẩm chất gắn kết.

Sáng chế dựa trên phát hiện rằng một nhóm cụ thể của nhựa phenol chứa các chức amin cơ bản (có thể được proton hóa) ổn định trong môi trường axit và do đó có thể được dùng với các chế phẩm chất gắn kết nền nước có thành phần chính là axit polycarboxylic và đường và/hoặc đường hydro hóa theo kỹ thuật đã biết. Các loại nhựa phenol chứa các chức amin này là đã biết và việc điều chế chúng được người nộp đơn mô tả chi tiết trong các đơn WO2008/043960 và WO2008/043961.

Việc sử dụng các loại nhựa phenol chứa amin này trong các chế phẩm chất gắn kết axit có thành phần chính là đường và axit polycarboxylic giúp cải thiện các tính chất cơ học của các sản phẩm cách nhiệt thu được, ngay cả sau khi lão hóa trong điều kiện ẩm ướt, miễn là không vượt quá lượng nhựa phenol nhất định.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích thứ nhất của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, bao gồm các bước:

- phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước lên các sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ,
- làm nóng các sợi được phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước để làm bay hơi pha bay hơi của chế phẩm chất gắn kết nền nước và gây ra sự đóng rắn nhờ nhiệt của phần không bay hơi còn lại, hoặc đóng gói các sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ được phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước cho mục đích bảo quản và/hoặc vận chuyển,

chế phẩm chất gắn kết nền nước có độ pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là từ 1,5 đến 5,0, và bao gồm:

(a) ít nhất một hydrat cacbon được chọn từ đường hydro hóa, đường khử, đường không khử và hỗn hợp của chúng,

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

(c) từ 1 đến 35% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin, tan trong nước, bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ thu được bằng phương pháp này.

Cuối cùng, mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm chất gắn kết nền nước dùng để tạo ra các sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, có độ pH từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là từ 1,5 đến 5,0, và bao gồm:

(a) ít nhất một hydrat cacbon được chọn từ đường hydro hóa, đường khử, đường không khử và hỗn hợp của chúng,

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

(c) từ 1 đến 35% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin, tan trong nước, bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, thuật ngữ "hydrat cacbon" có nghĩa rộng hơn bình thường, vì nó bao gồm các oza và các osit có ít nhất một nhóm aldehyt hoặc xeton (nhóm khử), đường không khử bao gồm một số đơn vị hydrat cacbon, các nguyên tử cacbon mang hemiaxetal hydroxyl tham gia vào các liên kết osidic để liên kết các đơn vị với nhau, và cả đường hydro hóa (còn được gọi là alditol hoặc rượu đường) là các sản phẩm hydro hóa của các oza hoặc các osit trong đó nhóm aldehyt hoặc keton được khử thành chức rượu.

Thành phần (a) về nguyên tắc có thể chứa hydrat cacbon bất kỳ được chọn từ đường khử, đường không khử và đường hydro hóa và hỗn hợp của chúng.

Thành phần (a) của chế phẩm chất gắn kết theo sáng chế có lợi là bao gồm một phần đường hydro hóa nhất định. Hàm lượng đường hydro hóa của hydrat cacbon (thành phần (a)) có lợi là từ 25 đến 100% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất bằng 30% trọng lượng, cụ thể là ít nhất bằng 50% trọng lượng, và lý tưởng là ít nhất bằng 70% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của thành phần hydrat cacbon.

Theo một phương án được ưu tiên, thành phần (a) chỉ bao gồm đường hydro hóa và không chứa đường khử và đường không khử. Phương án này có lợi vì nó tạo ra các sản phẩm cách nhiệt đặc biệt là tương đối không màu.

“Đường hydro hóa” được dùng để chỉ tất cả các sản phẩm thu được từ việc khử sacarit được chọn từ monosacarit, disacarit, oligosacarit và polisacarit, và hỗn hợp của các

sản phẩm này. Đường hydro hóa còn được gọi là rượu đường, alditol hoặc polyol. Chúng có thể thu được bằng cách hydro hóa có xúc tác các sacarit. Quy trình hydro hóa sacarit có thể được thực hiện bằng 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 có niken, platin, paladi, coban, molybden và hỗn hợp của chúng. Chế phẩm xúc tác được ưu tiên là niken Raney.

Có lợi là (các) loại đường hydro hóa được chọn từ các sản phẩm hydro hóa của mono sacarit, disacarit, oligo sacarit và hỗn hợp của chúng, tốt hơn là từ nhóm bao gồm erythritol, arabitol, xylitol, sorbitol, manitol, iditol, maltitol, isomaltitol, lactitol, xelobitol, palatinitol, maltotritol, và các sản phẩm hydro hóa của quy trình thủy phân tinh bột hoặc thủy phân các nguyên liệu lignoxenluloza, cụ thể là thủy phân hemixenluloza, cụ thể là xylan và xyloglucan.

Cụ thể tốt hơn là, sử dụng đường hydro hóa được chọn từ nhóm bao gồm maltitol, xylitol, sorbitol và các sản phẩm hydro hóa của quy trình thủy phân tinh bột hoặc các nguyên liệu lignoxenluloza.

Các loại đường khử tốt hơn là được chọn từ các mono sacarit như glucoza, galactoza, mannoza và fructoza, disacarit như lactoza, maltoza, isomaltoza, cellobioza và hỗn hợp của chúng, và cả chất thủy phân của tinh bột hoặc của các nguyên liệu lignoxenluloza mô tả ở trên. Tốt hơn là sử dụng glucoza và fructoza và hỗn hợp của chúng, cụ thể là glucoza.

Đường không khử tốt hơn là các disacarit như trehaloza, isotrehaloza, sucroza, isosucroza và hỗn hợp của chúng. Sucroza được đặc biệt ưu tiên.

(Các) axit polycarboxylic được sử dụng theo sáng chế tốt hơn là axit polycarboxylic đơn phân. Nói cách khác, theo một phương án ưu tiên của sáng chế, thuật ngữ này không bao gồm các polyme thu được bằng cách polyme hóa các axit polycarboxylic đơn phân, như polyme đồng nhất hoặc copolyme của axit acrylic hoặc axit metacrylic.

Tốt hơn là sử dụng các axit polycarboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit dicarboxylic, axit tricarboxylic và axit 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, ví dụ, được chọn từ nhóm tạo ra từ axit xitric, axit tricarballylic, axit 1,2,4-butantricarboxylic, axit aconitic, axit hemimelitic, axit trimelitic và axit trimesic. Các axit tetracarboxylic là, ví dụ, axit butantetracarboxylic 1,2,3,4 và axit pyromelitic.

Axit polycarboxylic được đặc biệt ưu tiên là axit xitric.

Người nộp đơn đã thực hiện nhiều thử nghiệm để xác định tỷ lệ tương ứng của các thành phần (a) và (b) tạo ra chất gắn kết mà, ở trạng thái liên kết ngang, tạo ra sản phẩm cuối cùng có các đặc tính cơ học tốt nhất, đặc biệt là ngay cả sau khi lão hóa nhanh trong các điều kiện ẩm ướt.

Các thử nghiệm này cho thấy rằng tỷ lệ trọng lượng hydrat cacbon/axit polycarboxylic nằm trong khoảng từ 25/75 đến 75/25.

Khi axit polycarboxylic là axit xitric, tỷ lệ này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25/75 đến 55/45, cụ thể là từ 30/70 đến 50/50.

Trong lĩnh vực kỹ thuật của nhựa phenol-formaldehyt, có sự phân biệt chính giữa hai họ, đó là:

- nhựa novolac được điều chế trong môi trường axit, và
- nhựa rezol thu được bằng xúc tác bazơ.

Nhựa phenol theo sáng chế thuộc họ thứ hai này.

Nhựa rezol thu được trong môi trường bazơ bằng phản ứng phenol với lượng dư formaldehyt, tỷ lệ mol formaldehyt/phenol thường nằm trong khoảng từ 2 đến 4, mỗi phân tử phenol có khả năng phản ứng với ba phân tử formaldehyt.

Nhựa rezol chứa nhiều chức metylol sinh ra bởi một vòng thơm, vòng này tạo thành các vị trí để liên kết ngang bằng cách khử hydro/giải phóng formol. Các loại nhựa này về cơ bản bao gồm các sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt (PF), phenol dư và formaldehyt

dur. Trong môi trường axit, chúng phản ứng, tức là chúng trùng hợp, rất nhanh ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và kết tủa.

Các loại nhựa dạng rezol này về cơ bản bao gồm sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt (PF) và phenol và formaldehyt dư, sau khi trung hòa chất xúc tác, được trộn với ure đóng vai trò chính làm dung môi, cải thiện khả năng hòa tan của nhựa và làm chất chống muối cho formaldehyt dư. Các loại nhựa rezol như vậy và việc điều chế chúng được mô tả trong đơn WO 01/96254. Tuy nhiên, việc bổ sung ure được mô tả trong đơn sáng chế trên về cơ bản không cải thiện đáng kể độ ổn định ở độ pH axit của nhựa rezol, và các loại nhựa được mô tả trong đơn sáng chế trên không thể được dùng trong sáng chế.

Nhựa rezol chứa amin (thành phần (c)) dùng trong sáng chế là nhựa hòa tan trong nước, ổn định ở độ pH axit, ngay cả ở độ pH rất axit từ 1 đến 2. Sự ổn định tốt này đạt được nhờ bước phản ứng bổ sung mà cốt yếu là phản ứng của nhựa rezol, về cơ bản chỉ chứa các sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt, phenol và formaldehyt, với amin, tốt hơn là monoalkanolamin, và cụ thể là monoetanolamin.

Alkanolamin này phản ứng theo phản ứng Mannich với sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt (PF), phenol và formaldehyt để tạo thành sản phẩm ngưng phenol/formaldehyt/amin (PFA). Khi kết thúc phản ứng, hỗn hợp phản ứng có thể được axit hóa mà không gây ra sự trùng hợp ở nhiệt độ môi trường. Do đó, các loại nhựa rezol này được xem là ổn định trong môi trường axit. Quá trình tổng hợp chúng được mô tả trong các đơn WO2008/043960 và WO2008/043961 của người nộp đơn. Các loại nhựa này cũng khác biệt bởi hầu như không có các sản phẩm ngưng ure-formaldehyt, các chất này chỉ có mặt ở lượng vết. Các sản phẩm ngưng ure-formaldehyt này có mặt ở lượng lớn trong nhiều loại nhựa phenol theo giải pháp kỹ thuật đã biết và không đủ độ bền nhiệt, giải phóng formaldehyt bằng cách phân hủy nhiệt.

Theo cách đã biết, có thể thêm vào nhựa rezol chứa amin, sau khi phản ứng với monoalkanolamin, làm nguội hỗn hợp phản ứng và axit hóa, lên đến 25% trọng lượng, tốt hơn là từ 10% đến 20% trọng lượng ure, các lượng này được biểu diễn so với tổng trọng lượng khô của nhựa rezol chứa amin và ure. Ure chủ yếu đóng vai trò là đồng dung môi trong loại nhựa này.

Trong các thử nghiệm nhằm mục đích phát triển các sản phẩm cách nhiệt chủ yếu dựa vào các thành phần gốc sinh học có khả năng chống lão hóa cao hơn, người nộp đơn

quan sát thấy rằng điều quan trọng là sử dụng phần nhựa phenol chứa amin tương đối nhỏ. Các đặc tính cơ học tối ưu đã được quan sát đối với các phần nhựa phenol chứa amin khoảng từ 5 đến 20% trọng lượng so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c).

Do đó, chế phẩm chất gắn kết nền nước theo sáng chế chứa từ 1 đến 35% trọng lượng, tốt hơn là từ 2 đến 30%, cụ thể là từ 5 đến 27% trọng lượng, và tốt hơn nữa là từ 7 đến 20% trọng lượng, so với tổng khối lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin tan trong nước bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin. Các lượng này được hiểu là được biểu diễn dưới dạng vật liệu khô. Hơn nữa, các lượng này không bao gồm trọng lượng của ure hoặc các chất phụ gia khác được tùy ý thêm vào hỗn hợp nhựa phenol chứa amin và trọng lượng của (a) và (b).

Chế phẩm chất gắn kết nền nước, tại thời điểm phủ lên sợi bông khoáng, có độ pH từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là, từ 1,5 đến 5,0. Tốt hơn nữa là độ pH này nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4,0, hoặc thậm chí từ 1,7 đến 3,0.

Có lợi hơn nếu chế phẩm chất gắn kết nền nước theo sáng chế chứa từ 0,5% đến 10% trọng lượng, tốt hơn là từ 1,0% đến 5% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của chất rắn của chế phẩm chất gắn kết, của chất xúc tác este hóa, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm natri hypophosphit và axit hypophosphorơ.

Chế phẩm chất gắn kết có thể bao gồm thêm các chất phụ gia đã biết theo tỷ lệ như sau, được tính toán dựa trên 100 phần trọng lượng của thành phần (a) + (b) + (c):

- 0 đến 5 phần silan, cụ thể là epoxysilan hoặc aminosilan (chất ngẫu hợp),
- từ 0 đến 40 phần, tốt hơn là từ 4 đến 25 phần, dầu hoặc nhũ tương dầu (chất chống bụi),
- từ 0 đến 5 phần silicon,

Chế phẩm chất gắn kết được điều chế bằng cách trộn đơn giản các thành phần (các thành phần (a), (b), (c), chất xúc tác, ure và chất phụ gia) với nước.

Tại thời điểm phủ lên các sợi, chế phẩm chất gắn kết có hàm lượng vật liệu khô từ 2 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là từ 3 đến 10% trọng lượng.

Nó được phủ với lượng sao cho hàm lượng chất gắn kết không hòa tan và không nóng chảy của sản phẩm cuối cùng thu được sau khi đóng rắn bằng nhiệt nằm trong khoảng từ 2% đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 3% đến 15% trọng lượng, cụ thể là từ 4 và 12% trọng lượng.

Khi sản phẩm cách nhiệt là sản phẩm có thành phần chính là bông khoáng, chế phẩm chất gắn kết được phóng ra bằng cách phun lên các sợi khoáng tại đầu ra máy ly tâm và trước khi các sợi khoáng được gom trên bộ phận chứa ở dạng lớp sợi, các sợi này sau đó được xử lý trong lò ở nhiệt độ gây ra sự tạo liên kết ngang các thành phần phản ứng và tạo ra chất gắn kết không nóng chảy. Bước tạo liên kết ngang/đóng rắn bằng nhiệt này được thực hiện bằng cách nung nóng đến nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng 180°C, tốt hơn là từ 190°C đến 220°C, trong khoảng từ 20 giây đến 300 giây, tốt hơn là từ 30 đến 250 giây.

Khi sản phẩm cách nhiệt là sản phẩm có thành phần chính là các sợi hữu cơ như các sợi có nguồn gốc thực vật, ví dụ, sợi xenluloza hoặc nguồn gốc động vật, như len, nhiệt độ đóng rắn thường thấp hơn nhiệt độ đóng rắn được dùng để đóng rắn các sản phẩm có thành phần chính là sợi khoáng, để bảo vệ các sợi hữu cơ trước nguy cơ phân hủy do nhiệt. Ví dụ, nhiệt độ đóng rắn là từ 150 đến 200°C. Thời gian đóng rắn thường từ vài phút đến vài chục phút, ví dụ, từ 5 đến 50 phút, tốt hơn là từ 10 đến 30 phút.

Theo phương pháp của sáng chế, việc đóng rắn các sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ có thể được thực hiện ngay sau khi phủ chế phẩm chất gắn kết cho các sợi và thu gom các sợi đã gắn kết trên băng tải, ví dụ đưa vào lò có kiểm soát nhiệt độ ở nhiệt độ đóng rắn mong muốn.

Phương pháp của sáng chế cũng bao gồm phương án trong đó tấm thảm sợi gắn kết không được đóng rắn ngay lập tức mà được đóng gói, ví dụ, được làm khô một phần, cắt, nén, tạo hình và bọc, với mục đích tách biệt bước đóng rắn với bước sản xuất tấm thảm sợi gắn kết. Vật liệu đóng gói phải được chọn để có thể bảo quản và/hoặc vận chuyển các sản phẩm trung gian này (các sợi được gắn kết bằng chất gắn kết chưa đóng rắn) mà sẽ được chuyển đến một bước bổ sung của phương pháp, được thực hiện sau hoặc ở nơi khác, và bao gồm bước đóng rắn bằng nhiệt chất gắn kết, một cách tùy ý sau khi tạo hình sản phẩm trung gian, ví dụ, trong khuôn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Chế phẩm 1 được điều chế, chứa 30% chất khô, chứa 48 phần theo trọng lượng maltitol (thành phần (a)), 52 phần theo trọng lượng axit xitric (thành phần (b)), và 5 phần theo trọng lượng là natri hypophosphit (chất xúc tác).

Chế phẩm 2 được điều chế, chứa 30% chất khô, chứa 80 phần nhựa chứa amin (thành phần (c)), 20 phần ure (đồng dung môi) và 3 phần amoni sunfat (xúc tác).

Chế phẩm 1 và 2 được trộn theo tỷ lệ thay đổi để thu được các tỷ lệ trọng lượng khác nhau của thành phần (c) với tổng các thành phần (a) + (b) + (c).

Bảng 1

Dung dịch thử nghiệm	Các phần của thành phần (c)	Các phần ure	Các phần của thành phần (a) + thành phần (b)	(c)/(a)+(b)+(c)
Thử nghiệm 1 theo sáng chế	8	2	90	8,2%
Thử nghiệm 2 theo sáng chế	16	4	80	16,7%
Thử nghiệm 3 theo sáng chế	24	6	70	25,5%
Thử nghiệm 4, so sánh	40	10	50	44,4%
Thử nghiệm 5, so sánh	0	0	100	0%

Các dung dịch thử nghiệm từ 1 đến 5 được dùng để xác định nhiệt độ bắt đầu tạo liên kết ngang (TR) của chất gắn kết bằng cách phân tích cơ động học (dynamic mechanical analysis - DMA). Hơn nữa, mô đun Young và độ bền kéo đứt của vải dệt từ các sợi thủy tinh được gắn kết bằng các chất gắn kết đóng rắn khác nhau được xác định, trước và sau khi lão hóa nhanh trong điều kiện ẩm ướt.

Phân tích cơ động học:

0,4g dung dịch thử nghiệm từ 1 đến 5 được lắng phủ bằng cách sử dụng ống pipet trên các dải bộ lọc sợi thủy tinh Whatman (mức GF/C, tham chiếu 1822-915) 60 x 12 mm, xếp chồng theo từng cặp. Phân tích cơ học động học được thực hiện trên thiết bị DMA, kiểu Q800 từ TA Instruments, kết hợp với kẹp lõm kép. Trong suốt mỗi thử nghiệm đóng rắn, sự biến thiên nhiệt độ có các thông số sau được áp dụng:

- ứng suất: 0,1%
- gradient nhiệt độ: từ 25°C đến 250°C (4°C trên một phút)
- tần số: 1 Hz

Nhiệt độ bắt đầu tạo liên kết ngang được xác định là nhiệt độ ở mức tối đa của hệ số tổn hao delta. Độ chính xác của phép đo là $\pm 5^\circ\text{C}$.

Xác định môđun Young và độ bền kéo

Vải dệt từ sợi thủy tinh được tẩm bằng cách ngâm trong các dung dịch thử nghiệm từ 1 đến 5, được pha loãng trước với 20% chất khô, để lắng phủ khoảng 6% chất gắn kết trên sợi. Các vải dệt đã tẩm này được làm đóng rắn trong 120 giây trong lò quạt có nhiệt độ được kiểm soát ở 215°C.

Đối với mỗi thử nghiệm, các vải dệt đã đóng rắn được cắt thành mười dải hình chữ nhật. Một nửa dải được đưa vào quá trình lão hóa nhanh trong điều kiện ẩm ướt (3 ngày ở 35°C và độ ẩm tương đối 95%).

Hệ thống kiểm tra độ bền kéo Instron Series 5960 được sử dụng, với hướng kéo ở góc 45° so với hướng của sợi dọc và sợi ngang.

Môđun Young được đo trước khi lão hóa, và độ bền kéo đứt của lớp xi chất gắn kết được đo trước và sau khi lão hóa nhanh. Các kết quả, trung bình trên 5 thử nghiệm, được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây.

[Bảng 2]

Thử nghiệm	Độ pH	TR [°C]	Môđun Young (MPa)	Độ bền kéo (N) trước khi lão hóa	Độ bền kéo (N) sau khi lão hóa
1 (sáng chế)	1,8	140 ± 5	5200 ± 315	125 ± 4	73 ± 3
2 (sáng chế)	1,9	138 ± 5	5280 ± 250	122 ± 4	72 ± 2
3 (sáng chế)	2,0	n.d.	5000 ± 900	113 ± 5	68 ± 2
4 (so sánh)	2,1	130 ± 5	5220 ± 130	95 ± 3	63 ± 2
5 (so sánh)	1,7	144 ± 5	5190 ± 190	116 ± 5	63 ± 4

Quan sát thấy rằng ba thử nghiệm theo sáng chế (các thử nghiệm từ 1 đến 3), sử dụng chất gắn kết hỗn hợp có thành phần chính là maltitol (thành phần (a)), trên axit xitric (thành phần (b)) và nhựa phenol chứa amin (thành phần (c)) theo tỷ lệ sao cho thành phần (c) chiếm khoảng từ 8% đến 25% trọng lượng của tổng các thành phần (a), (b) và (c), có độ bền kéo đứt sau quá trình lão hóa nhanh chất gắn kết tốt hơn khi chỉ có thành phần chính là maltitol và axit xitric (thử nghiệm 5) và tốt hơn chất gắn kết chứa nhiều hơn 40% trọng lượng nhựa phenol chứa amin (thành phần (c)) (thử nghiệm 4).

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, phương pháp này bao gồm các bước:

- phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước lên sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, tốt hơn là sợi bông khoáng,

- làm nóng các sợi được phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước để làm bay hơi pha bay hơi của chế phẩm chất gắn kết nền nước và gây ra sự đóng rắn nhờ nhiệt của phần không bay hơi còn lại, hoặc đóng gói các sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ được phủ chế phẩm chất gắn kết nền nước cho mục đích bảo quản và/hoặc vận chuyển,

chế phẩm chất gắn kết nền nước có độ pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là từ 1,5 đến 5,0, và bao gồm:

- (a) ít nhất một hydrat cacbon được chọn từ đường hydro hóa, đường khử, đường không khử và hỗn hợp của chúng,

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

- (c) từ 1 đến 35% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin, tan trong nước, bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, chế phẩm chất gắn kết nền nước bao gồm từ 2 đến 30% trọng lượng, tốt hơn là từ 5 đến 27% trọng lượng, và cụ thể là từ 7 đến 20% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin tan trong nước bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-monoalkanolamin.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, axit polycarboxylic là axit polycarboxylic đơn phân.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, axit polycarboxylic là axit xitric.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ đường hydro hóa trong hydrat cacbon (thành phần (a)) nằm trong khoảng từ 25 đến 100% trọng lượng.

7. Phương pháp theo điểm 6, khác biệt ở chỗ, hydrat cacbon (thành phần (a)) chứa ít nhất 30% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất 50% trọng lượng, và cụ thể ít nhất 70% trọng lượng đường hydro hóa.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, đường hydro hóa được chọn từ các sản phẩm hydro hóa của monosacarit, disacarit, oligosacarit, và hỗn hợp của chúng.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, đường hydro hóa được chọn từ nhóm bao gồm maltitol, xylitol, sorbitol và các sản phẩm hydro hóa của sản phẩm thủy phân tinh bột hoặc nguyên liệu lignoxenluloza.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ trọng lượng của (các) hydrat cacbon (thành phần (a)) so với axit polycarboxylic ((thành phần (b)) là từ 25/75 đến 75/25.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, chế phẩm chất gắn kết nền nước có độ pH từ 1,5 đến 4,0, tốt hơn là từ 1,7 đến 3,0.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, chế phẩm chất gắn kết nền nước còn chứa từ 0,5 đến 10% trọng lượng, tốt hơn là từ 1,0 đến 5% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của chất rắn của chế phẩm chất gắn kết, của chất xúc tác este hóa, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm natri hypophosphit và axit hypophosphorơ.

13. Chế phẩm chất gắn kết nền nước để tạo ra các sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, có độ pH từ 1,0 đến 6,5, tốt hơn là từ 1,5 đến 5,0, và bao gồm:

(a) ít nhất một hydrat cacbon được chọn từ đường hydro hóa, đường khử, đường không khử và hỗn hợp của chúng,

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

(c) từ 1 đến 35% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của các thành phần (a), (b) và (c), của nhựa phenol chứa amin, tan trong nước, bao gồm chủ yếu là các sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt và sản phẩm ngưng phenol-formaldehyt-amin.

14. Sản phẩm cách nhiệt có thành phần chính là sợi khoáng hoặc sợi hữu cơ, thu được bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12.