

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningsskrift nr. 115306

Int. Cl. C 03 c 25/02

Kl. 32 b-25/02

Patentsøknad nr. 161 591 Inngitt 5. februar 1966

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. juli 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 16. sept. 1968

Prioritet begjært fra: 8/2-65 USA, nr. 431 196

Owens-Corning Fiberglas Corporation, Toledo, Ohio, USA.

Oppfinner: Joseph Peter Stalego, Newark, Ohio, USA.

Fullmektig: Mag. scient. Knud-Henry Lund.

Varmebestandig bindemiddel- og isolasjonssammensetning.

Foreliggende oppfinnelse vedrører nye kiselholdige isolasjons-sammensetninger med høy varmebestandighet og fremgangsmåte til fremstilling av slike. Oppfinnelsen angår spesielt sammenbundne glassfiberisolasjonsmaterialer ut fra myke og ull-liknende masser med så lav egenvekt som 16—48 kg/m³, under opparbeidelse til forholdsvis tunge støpte plater med hovedsaklig permanent form og en så høy egenvekt som 640—800 kg/m³. Oppfinnelsen vedrører spesielt glassfiber-isolasjonsmaterialer hvor fiberene er bundet til hverandre punktvis fiber mot fiber med et varmebestandig organisk bindemiddel, og den fremstilte sammenbundne masse er impregnert med et uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel, som etter følgende behandling herder til et keramikkaktig varmebestandig overtrekk på glassfibrene og også tjener som et ekstra bindemiddel.

Fremstilling av glassfibre og andre glassak-

tige fibre for anvendelse som varmeisolasjonsmateriale, lydisolasjonsmateriale, filtreringsmateriale og tekstilberedning er velkjent. Uavhengig av anvendelsen er glassaktige fiberartikler i de fleste tilfelle sammenkoplet med eller i det minste delvis belagt eller overtrukket med et syntetisk harpiksmateriale. Spesielt består varme- og lydisolasjonsmateriale av den beskrevne type vanligvis av en masse av sammenflettede glassfibrer hvor fiberene i det minste delvis er kledd med et herdet usmeltelig fenolmateriale som sammenbinder de enkelte glassfibre i massen ved deres kontaktpunkter.

Forskjellige materialer, først og fremst slike som baserer seg på syntetiske harpikser, som f. eks. fenolresoler, er tidligere anvendt og brukes for tiden som bindemiddelsystemer for glassfiberisolering. På grunn av at bindemidlene i første rekke er av organisk natur går imidlertid mange av glassfibreneres naturlige fordeler tapt,

slik som den høye varmestabilitet. Således kan glassfibre i og for seg anvendes ved temperaturer opp til glassets smeltetemperatur, f. eks. temperaturer på opp til 650—815°C uten å ødelegges. På den annen side utsettes organiske bindemiddelsystemer av den beskrevne type for termisk dekomponering allerede ved så lave temperaturer som 150°C. Følgelig er glassfiberisolasjonsprodukter hvor man anvender slike organiske bindemiddelsystemer begrenset til en praktisk anvendelse hvorved temperaturen ikke overstiger 150—165°C i lengre tidsrom eller 200—220°C over kortere tidsrom. Anvendelse av et produkt bestående av glassfibre og et organisk bindemiddel-system ved temperaturer og tider som overskrider ovennevnte grenser fører til nedbrytning av bindemidlet, derav følgende fare for at harpikset begynner å svi seg og ryke, spesielt ved temperaturer på over 220°C, med følgende brudd i glassfibreens kontaktpunkter.

Med nevnte nedbrytning forstår man den forholdsvis raske oksydasjon av bindemidlet uten flamme, men under varmeutvikling. De gasser og damper som oppstår ved en slik termisk spalting er ubehagelige og skadelige og kan misfarge og flekke det tiliggende materiale.

Man har forsøkt forskjellige metoder for å øke bindemiddelsystemets bestandighet mot den nedbrytning og for å bringe det anvendte bindemiddelsystemets egenskaper nærmere glassfibreens egenskaper. Således har man f. eks. foreslått å omsette nitrorenholdige substanser som melamin, dicyandiamid, karbamid, tiokarbamid, dikarbamid, guanidin og liknende forbindelser med partielle kondensasjonsprodukter av fenol-formaldehyd av resolyttypen for å komme frem til en bindemiddelharpiks med øket nedbrytningsbestandighet. Selv om innføring av slike nitrogenforbindelser forbedrer bestandigheten og den totale varmestabilitet for bindemiddelsystemet, er produkter sammensatt av glassfibrer med slike bindemiddelsystemer ikke egnet for anvendelse under betingelser som nærmer seg grensen for selve glassfibreens varmestabilitet. Andre måter til forbedring av den forholdsvis lave varmestabilitet for fenoliske resolbindemiddelsystemer benytter seg av tilsetning av andre harpikser som alkyder, eller anvendelse av vannglass eller natriumsilikat som bindemiddelsystem. Sistnevnte metode er imidlertid lite fordelaktig derved at den høye natriumionkonsentrasjon i tekniske natriumsilikater fører til angrep på glassfibrene gjennom natriumionene, hvorved glassfibrene svekkes og de dannede produkter blir svake og beheftet med mange av de ulemper som er forbundet med anvendelse av sementerte materialer med hensyn til styrke, bøyelighet og sprøhet. Dertil har de fleste tidligere forsøk på å innføre uorganiske bindemiddelsystemer ikke ført til suksess med å tilveiebringe et system som kleber godt nok til glassfibrene. Det er åpenbart at et uorganisk bindemiddel som kunne forbedre sluttproduktets varmestabilitet, er utilfredsstillende hvis bindemidlet på grunn av svak klebning sprekker og faller av glassfibrene under deres anvendelse. Følgelig har det vært stor etterspørsel etter et uorganisk bindemiddelsystem som kunne muliggjøre anvendelsen

av glassfibermaterialer ved de øvre grensene for glassfibreens varmestabilitet, og som samtidig har god klebe-evne.

Foreliggende oppfinnelse har til hensikt å tilveiebringe en uorganisk bindemiddelsammensetning med høy varmestabilitet, som ikke angriper glassfibrene og som danner en sterk, klebende fuge med glassfibrene.

En annen hensikt med oppfinnelsen er å fremlegge en fremgangsmåte til sammenføyning av glassfibre under anvendelse av en kombinasjon av et organisk bindemiddel og et uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel, hvorved sistnevnte anvendes i en slik utstrekning at man får et keramisk sjikt omkring fiberen, hvilket sjikt er sterkt klebende og virker som et beskyttende overtrekk på glassfibrene og dessuten har den virkning at det sikrer sammenføyningen av glassfibrene med hverandre ved kontaktpunktene under temperaturer hvorved det organiske bindemiddel er uvirksomt.

Ennå en hensikt med oppfinnelsen er å tilveiebringe et silikat-fiberisolasjonsmateriale med høy varmebestandighet hvor de enkelte fibre er belagt og bundet til hverandre med uorganiske og organiske bindemidler.

Ifølge oppfinnelsen har man nå overraskende funnet at varmebestandigheten for silikat-fibermateriale og -vevnader fiksert med organiske bindemiddelsammensetninger og dessuten også deres anvendbarhet, kan forbedres og utvides ved å impregnere det sammenbundne materiale med et uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel som beskrives i det følgende. Ved oppvarmning danner det uorganiske bindemiddel-impregneringsmiddel et sjikt med høy varmebestandighet som bevarer produktenes struktur selv ved temperaturer over selve glassfibreens smeltetemperatur.

Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for forbedring av varmebestandigheten ved glassfiberplater som er limt med et organisk bindemiddel. Herved impregneres platene med en vannoppslemning av et uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel bestående av a) en komponent inneholdende borsyre og leire og eventuelt b) en eller flere av følgende bestanddeler: inerte uorganiske fyll- eller fortynningsmidler, pigmenter, fargestoffer, mykningsmiddel, dispergeringsmiddel, pH-justerende stoffer i form av fosforsyre eller fosfater, hvoretter det impregnerte produkt tørkes og herdes ved oppvarmning. En stort sett liknende fremgangsmåte er tidligere kjent fra U.S. patent nr. 3 002 857. De impregneringsblandinger som angis i dette patent og som inneholder kiselsyre eller natriumsilikat, gir imidlertid ikke en fullt ut tilfredsstillende impregnering og derav betinget sammenholdning av platen når glassfibrene er meget fine, og spesielt har natriumsilikatet, som praktisk talt alltid inngår i blandingen når denne inneholder borsyre, en direkte skadelig innvirkning, idet det kan forstyrre strukturen på det på fibrene dannede bindemiddelovertrekk, således at platene ikke får fullgod sammenhold. Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen tilveiebringes glassfiberplater hvis fibre også, hvis de er meget fine, får et for effektiv sammenbinding

av platen egnet overtrekk og platen er dessuten spesielt varmebestandig. Det karakteristiske ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er at ovennevnte komponent a) i det bindemiddel-impregneringsmiddel hvormed glassfiberplaten impregneres, består bare av borsyre og av ved borsyrens innvirkning til sur form overført leire i form av bentonitt eller bentonitt og kaolin.

Grunnmaterialet.

De silikatsammensetninger som anvendes som formgivende materiale i glassvevinger, isolasjonsprodukter, rørskåler, blokker, plater og liknende artikler er kjent som «glassfibre» og denne betegnelse omfatter alle fibre fremstilt av de materialer som ifølge vanlig terminologi betegnes som glass. Denne betegnelse omfatter glassfibre av den type som fremstilles ved kjente metoder, som f.eks. uttrekking av smeltede glasstråder ved hjelp av stråler av høytrykksdamp eller luft som rettes nedover inn i de stråler som kommer fra munnstykket i en glass-smeltebeholder, som beskrevet i amerikanske patenter 2 206 058 eller 2 189 840. Dessuten kan man anvende de nylig utviklede hårfine glassullfibre som formes ved hjelp av blåsing med brennstråler. Glassfibre som anvendes i henhold til foreliggende oppfinnelses fremgangsmåte kan videre fremstilles av kontinuerlige glassfibre som er oppskåret eller oppkuttet til fibre eller tråder av bestemt lengde eller av glassfibre eller garn med endeløs lengde som er avsatt i spiralmønster og hvorved disse kontinuerlige fibre kan anvendes for seg eller i kombinasjon med ull eller stappelfibre under dannelsen av plater, matter og skiver for kombinasjon med bindemiddel under fremstilling av isolasjonsprodukter.

De ovenfor beskrevne artikler henvises vanligvis til en eller flere kategorier avhengig av den metode som brukes ved fremstillingen. Ifølge en slik metode trekkes smeltede glasstråder gjennom små munnstykker i bunnen av en glass-smeltebeholder, trådene akselereres raskt for å bevirke uttrekking til fibre med ønsket diameter, fibre slynges på en åpenmasket transportør, en egnet bindemiddelsammensetning innføres blant fibre, idet disse slynges mot transportinnretningen og bindemidlet herdes etterat det er innført i det endelige produkt. En annen alminnelig metode for fremstilling av slike plater kalles den «våte metoden», hvorved fibre og et egnet bindemiddel oppslemmes i vann og fibre samt bindemidlet avsettes på en kontinuerlig fremmatet vire. Vannet og en del av bindemidlet renner gjennom viren, som deretter transporterer de avsatte fibre og bindemidlet gjennom en tørkeovn. En tredje metode liknende den første med det unntak at bindemidlet ikke forbindes med fibre, mens disse påføres transportunderlaget. I stedet formes en ikke sammenbundet matte av glassfibre og denne impregneres deretter med et bindemiddel som siden herdes på egnet måte.

I alminnelighet har de glassfibre som anvendes her omtrentlig følgende sammensetning: fra ca. 50 til 75 pst. silicidumdioksyd, opp til ca. 15 pst. boroksyd, fra 2 til 25 pst. jordalkalimetall-

oksyder, som f.eks. CaO, MgO, BaO og SrO, hvorved mengden CaO normalt er minst 50 pst. av mengden jordalkalimetalloksyder, fra ca. 0 til ca. 15 pst. alkalimetalloksyder, spesielt Na₂O, K₂O eller begge, opp til ca. 10 pst. titandioksyd, opp til ca. 1 pst. jernoksyd og fra ca. 0 til 3 pst. fluor. Spor av andre glassdannende ingredienser og/eller forurensninger som MnO, ZrO₂ og ZnO kan også være tilstede.

De fibre som ovennevnte artikler kan fremstilles av kan ha en diameter, alt avhengig av anvendelsen, på fra 2,5 μ til ca. 17,5 μ, mens en foretrukket diameter ligger mellom ca. 8,8 μ og 16,5 μ.

Det organiske bindemiddel.

Den harpiks som anvendes som hovedbestanddel i det organiske bindemidlet i henhold til foreliggende oppfinnelse er fenolharpikser, spesielt slike som er kjent under betegnelsen resoler. Som kjent dannes en resol ved partiell kondensasjon av en fenol med et overskudd av et aldehyd i alkalisk oppløsning. Fenolresolene er tidligere kjent og en utførlig beskrivelse av dem gjenfinnes i «The Chemistry of Phenolic Resins, Robert W. Martin, John Wiley & Sons Inc., New York, N. Y. 1956». I alminnelighet består resolene av fenol-aldehydkondensasjonsprodukter som kan anvendes for seg eller i blanding med andre herdbare harpikssystemer. De termoherdende fenolharpikser, som anvendes ved fremstilling av artikler i henhold til oppfinnelsen, utgjør imidlertid ingen del av oppfinnelsen og en nærmere spesifisering er derfor av mindre betydning. De fenolharpikser som anvendes i henhold til oppfinnelsen er tilgjengelige på markedet. I de fleste tilfeller fremstilles fenol-aldehydtypen av fenolharpiks ved kondensasjon av fenol og formaldehyd, selv om en hvilken som helst fenol og et hvilket som helst aldehyd som kondenserer under dannelsen av et termoherdbart kondensasjonsprodukt av resoltype, kan brukes. Således kan man i stedet for formaldehyd anvende para-formaldehyd, furfural, acetaldehyd, metaldehyd, tetra-aldehyd og liknende. I stedet for fenol (dvs. monohydroksybensen) kan man anvende ekvivalente forbindelser som resorcinol, xylenol, kresol og liknende forbindelser. Når det gjelder fremstilling av fenol-amino-aldehydkondensasjonsprodukter, kan resolen kondenseres med aminoforbindelser som melamin, karbamid, tiokarbamid, dicyandiamid, bikarbamid, guanidin og liknende stoffer. Av disse forskjellige aminoforbindelser foretrekkes dicyandiamid, karbamid, dikarbamid og tiokarbamid, idet en bindemiddelsammensetning som inneholder disse ikke er forbundet med slike fortynningsproblemer som tidligere kjente bindemiddelsammensetninger.

I herdet tilstand avgir en bindemiddelsammensetning inneholdende dicyandiamid bare lite eller ingen lukt og den gir ull- og plateprodukter betraktelig forbedret holdbarhet og nedbrytningsmotstand. Etterat bindemiddel-sammensetningen er herdet virker dicyandiamidet åpenbart som en nettverksdanner ved reaksjon med metyloilgrupper uten å danne eterbroer, og øker på

denne måten bindemiddel-sammensetningens varmebestandighet.

I stedet for det ovenfor nevnte partielle fenol-aldehyd- og fenol-aminokondensasjonsproduktet kan den organiske bindemiddelsammensetningens harpikskomponent fremstilles ved kondensasjon av aminoforbindelser, som de ovennevnte, enten for seg eller i kombinasjon med aldehyder som formaldehyd, acetaldehyd og liknende. Som kondensasjonskatalysator kan man anvende hvilke som helst vanlige reagenser, som f. eks. alkalimetallhydroksyd eller alkalimetallkarbonat. Dertil er sure uorganiske katalysatorer som borsyre, ammoniumsulfat og ammoniumklorid samt organiske sure katalysatorer som malein-, fumar- eller ftalsyre og deres ammoniumsalter anvendbare.

Foruten den termoherdende harpikskomponent kan det organiske bindemiddel inneholde andre materialer som fullstendiggjør det organiske bindemiddelsystemet. Således kan f. eks. en vannoppslemming av bindemidlet inneholde vanlige hjelpemidler som emulgatorer, antiskummidler, myknere, fargestoffer, viskositetsregulerende midler, fyllstoffer og liknende.

Et typisk organisk bindemiddel kan fremstilles på den i følgende eksempel anførte måte. Naturligvis kan man anvende andre liknende eller ekvivalente bindemidler i stedet for det beskrevne spesielle bindemiddel, og disse andre bindemidler faller i dette tilfelle også innenfor rammen for oppfinnelsen. På samme måte kan stoffenes mengdeforhold varieres avhengig av det ønskede sluttprodukt.

Det uorganiske impregneringsmiddel.

Som ovenfor angitt baserer foreliggende oppfinnelse seg på den oppdagelse at sammenføyde glassfiberprodukter som ovenfor beskrevet, kan forbedres betraktelig ved impregnering med et uorganisk bindemiddel som inneholder borsyre og bentonit i hydrogenform. Fortrinnsvis omfatter sammensetningen borsyre, bentonit og kaolin, idet minst en av bestanddelene bentonit og kaolin foreligger i en spesiell reaktiv form. En slik sammensetning er ideell som bindemiddel ved høyere temperaturer, som foruten den sammenføyende virkning ved oppvarming danner et keramisk sjikt omkring de sammenlimte glassfibre og derved muliggjør anvendelse av glassfiberproduktene, f. eks. som isolasjonsmateriale, ved meget høyere temperaturer enn tidligere kjente produkter hvor man bare brukte et eneste uorganisk bindemiddel. Man har dertil kunnet konstatere at dannelsen og opprettholdelsen av en tilfredsstillende binding mellom det uorganiske bindemiddel og glassfiberen beror på bindemiddelmateriallets evne til å reagere med glassfiberoverflaten, og at en slik reaksjon ikke bør være av en slik karakter at den forandrer glassfibreens egenskaper eller nedsetter fibreens bøyelighets- eller fasthetsegenskaper. Det er kjent at visse materialer, som f. eks. natriumsilikat eller fugematerialer som inneholder Na^+ -ioner, angriper glassfibre og derved nedsetter

fiberstyrken og dens bøyelighet. Ved imidlertid å fremstille et uorganisk bindemiddel hvor borsyre er brukt i forbindelse med bentonit, blir resultatet et borsyre-bentonitsystem som virker som og betraktes som natriumfritt bentonit i hydrogenform, samt høyreaktivt og glassdannende natriumborat i hydrogenform. Det uorganiske bindemiddel-impregneringsmiddel i henhold til oppfinnelsen kan også inneholde en hydrogenaktiv kaolinleire.

Borsyren i den uorganiske impregneringsmiddel-oppslemning nøytraliserer de natriumioner som finnes i bentoniten innen oppslemningen påføres isolasjonsproduktene. Dertil nøytraliserer borsyren åpenbart alkali-ioner fra glassfiber-overflaten og gir på den måten ytterligere reaktive hydroksylgrupper til fiberoverflaten. Når det impregnerte isolasjonsprodukt tørker, oppstår det ved dehydratiseringen av impregneringsmidlet åpenbart en polymerisasjon eller andre reaksjoner mellom borsyre og natriumborat i systemet med leire og andre ingredienser.

Når en slik sammensetning anvendes for impregnering av sammenføyte glassfibermaterialer, skjer det en utveksling mellom H^+ fra kaolinet og den natriumbefridde bentoniten og Na^+ på glassfiber-overflaten, hvorved fibre som overflate blir i reaktiv hydrogenform. Ved oppvarming reagerer den natriumfrie bentoniten, kaolinet, borsyren (som i det minste delvis har reagert med de forskjellige alkali-ioner i systemet) og andre fra glassoverflaten ekstraherte ioner med den hydrogenaktive glassfiber-overflaten under dannelsen av et kompleks som er meget sterkt og varmebestandig.

Et egnet impregneringsmiddel-bindemiddel kan fremstilles av borsyre, bentonit og kaolin A som nedenfor beskrives i tabell I under angivelse av de kjemiske analyseresultater i prosent og partikkelstørrelsesfordelingen. I stedet for kaolin A kan man i impregneringsmiddel-bindemidlet anvende forskjellige andre leiretyper som karakteriseres på samme måten i tabell I. Man kan også anvende andre kaolinleirer enn de nedenfor beskrevne under forutsetning av at leirene reagerer med bindemiddel-glassfiberkomplekset ved dehydratisering.

Tabell I.

	Bentonit A	Bentonit B	Kaolin A	Kaolin B	Kaolin C
Siliciumdioksyd	63,07	48,90	45,92	45,21	47,02
Aluminiumoksyd	21,08	16,60	37,02	37,75	37,87
Jern	3,60	1,00	1,16	1,01	0,80
Titandioksyd	0,14	1,20	1,05	1,97	0,21
Kalk	0,65	6,13	0,32	0,08	0,08
Magnesiumoksyd	2,67	2,17	0,26	0,12	0,16
Natriumoksyd	2,20	0,30	0,29	0,19	0,24
Kaliumoksyd	0,37	0,20	0,22	0,18	0,20
Glødningstap	—	23,50	13,75	13,65	13,49

Partikkelstørrelsesfordeling	Bentonit	Kaolin A	Kaolin B	Kaolin C
0—10 mikron	85,0	89,5	97,2	83,5
0—5 »	79,0	82,0	94,0	77,0
0—2 »	70,0	69,0	86,0	68,5
0—1 »	61,0	57,0	75,8	59,0
0—0,5 »	50,0	43,0	62,0	48,0
0—0,2 »	26,0	21,0	33,0	24,0

Bentoniten gir i kombinasjon med borsyren filmdannende og bindende egenskaper til bindemiddelimpregneringsmidlet, mens kaolinen virker som et reaktivt fyllmiddel som øker grunnmaterialets tetthet.

Foruten borsyre, bentonit og kaolinleire kan bindemiddel-impregneringsmidlet inneholde andre materialer som er nødvendige for å oppnå riktige bearbeidningsegenskaper for glassfiber-sammensetningen. Således kan man f.eks. tilsette dispergeringsmiddel som natriumhexametafosfat og andre polyfosfater eller liknende materialer for dispergering av bentoniten og kaolinen. Dertil kan fosforsyre tilsettes for å regulere oppslemningens pH til mellom 6,3 og 6,7 og derigjennom medvirke til dispergeringen av leirene og reguleringen av oppslemningens viskositet. Andre hjelpemidler som f.eks. fuktemidler, spesielt sulfonerte dikarbonsyre-estere og antiskummidler, spesielt silikoner som metylpolysiloksanantiskumningsmiddel, kan tilsettes til impregneringsmidlet. Silikonantiskumningsmidlet kan oppløses i en liten mengde «Stoddard» eller annet oppløsningsmiddel.

Impregneringsmidlet kan også inneholde inerte fyllmaterialer som pyrofyllit, pigmenter, fargestoffer, myknere og andre vanlige tilsetninger. Et typisk uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel kan fremstilles og anvendes i henhold til nedenstående eksempel.

Eksempel.

I en 2300 l blandingstank forsynt med en Cowles-rører (se amerikansk patent 2 651 582, fig. 10—12) tilsettes under langsom omrøring 1520 l vann, 1,4 kg natriumhexametafosfat, 22,8 kg borsyre og 220 ml av en 85 pst.-ig vannoppløsning av fosforsyre. Etterat disse ingredienser er helt innblandet og oppløst, tilsettes 114 kg bentonit. Tankens vegger spyles av og oppslemningen omrøres med høy hastighet i minst 15 minutter. Etterat oppslemningen ser ut til å være vel blandet, tilsettes 342 kg kaolinleire og

114 kg pyrofyllit og oppslemningen omrøres med høy hastighet i 20 min., hvorefter røringen stoppes og en tilstrekkelig mengde vann tilsettes for å få 2180 l impregneringsmiddel-bindemiddelopslemning med en tørrstoffgehalt på ca. 22,7 pst. Etter denne vanntilsetning startes røringen på ny med lav hastighet og 4,7 l Stoddard-oppløsningsmiddel inneholdende 114 g av et metylpolysiloksan-antiskumningsmiddel og 13,3 l av en 75 pst.-ig vannoppløsning av et fuktemiddel av sulfonert dikarbonsyre-ester tilsettes. Omrøringen fortsettes siden i 15 min. og man pumper oppslemningen til en sirkulasjonstank.

Den oppslemning av uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel som er fremstilt på ovenfor beskrevne måte, anvendes deretter for impregnering av limte fiberplater med dimensjoner 5 x 60 x 120 cm, som er fremstilt på nedenfor beskrevne måte og har en (tilsynelatende) egenvekt på 173 kg/m³. Platene impregnes med varierende sammensetninger av den ovenfor beskrevne oppslemning, tørkes ved 204°C i 5 timer og prøves deretter med hensyn til glødningsstap, varmestabilitet, bindingsholdfasthet og trykholdfasthet. Variasjonene hos impregneringsmidlet-bindemidlet er oppført i tabell II og forsøksresultatene med de impregnerte plater tilsett i forskjellige impregneringsmiddel-bindemidler er oppført i tabell III.

Avhengig av fiberstrukturens art og den ønskede tetthet hos massen kan mengden av de faste stoffer som blir igjen på glassfibrene variere fra 30 til 200 pst. regnet på totalvekten av glassfibre i sluttproduktet. Mengden fast stoff utgjør fortrinnsvis ca. 60—100 pst. regnet på angitt måte.

Bruken av bindemiddel-impregneringsmidlet er ikke begrenset til anvendelse i et enkelt trinn etter påføring av det organiske bindemiddel, idet det i enkelte tilfelle kan være gunstigere å tilsette en blanding av det organiske bindemiddel og det uorganiske impregneringsmiddel i ett eneste trinn.

Tabell II.

Forsøk nr.	Bestanddeler (kg)			
	Kaolin	Bentonit	Borsyre	Pyrofyllit
1	200	50	10	—
2	150	50	10	50
3	200	50	20	—
4	200	50	15	—
5	200	50	15	—
6	150	—	15	—
7	—	50	10	200
8	200	50	20	—
9	750	250	50	250

Tabel III.

Egenskaper	1	2	3	4	5	6	7	8	9
<i>Eigenvekt kg/cm³</i>	175	177	174	177	175	179	173	175	171
<i>Gladningstap, %</i>	9,03	8,73	10,02	9,14	10,17	10,69	6,35	10,41	8,2
<i>Sten i gram</i>									
15 × 45 cm	0,308	0,229	0,312	0,281	0,374	0,487	0,224	0,397	0,29
<i>Varmedestabilitet</i>									
24 t. ved 540° C									
% vekttaap	9,02	9,49	10,26	9,20	9,83	10,65	6,02	10,09	9,42
% lengdeminskning .	1,36	1,41	1,54	1,43	1,50	1,97	1,27	1,42	1,25
24 t. ved 650° C									
% vekttaap	9,52	0,87	10,99	9,66	10,10	11,04	6,47	10,50	8,95
% lengdeminskning .	1,35	1,56	2,01	1,45	2,08	4,13	4,52	1,79	1,08
<i>Varneplate</i>									
Behandling av									
10 cm tykkelse									
4 t. ved 540° C									
% vekttaap									
Øverste plate	0,92	1,07	1,42	0,20	1,04		0,78	1,49	1,56
Underste plate	3,93	4,35	4,49	3,67	4,37		3,02	4,68	3,44
<i>Skjeivhet, cm</i>									
Øverste plate	0,45	0,68	0,80	0,45	0,53		0,45	0,63	0,45
Underste plate	0,60	0,60	0,75	0,83	0,75		0,40	0,63	0,45
<i>Temp. ved overflaten °C</i>									
Høyeste	388	404	399	388	388		385	382	402
Middel	371	388	371	374	388		374	306	391
Overflatetemp. °C...	38	68	71	82	71		82	74	32
4 t. ved 650° C									
% vekttaap									
Øverste platen	1,83	1,68	1,75	1,32			1,41	1,79	1,73
Underste platen	6,79	6,36	6,98	5,93			4,52	6,65	6,07
<i>Skjeivhet, cm</i>									
Øverste platen	1,35	1,40	1,43	1,18			1,75	1,38	1,30
Underste platen	0,45	0,28	0,23	0,58			0,28	0,53	0,50

Utilstrekkelig materiale for forsøk

Tabell III.

Egenskaper	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Temp. ved overflaten °C									
Høyeste	485	488	466	466			510	460	482
Middel	463	449	460	460			477	454	468
Overflatetemp.	88	102	93	93			93	82	54
Bindingsstyrke									
Opprinnelig									
Belastning i kg/m ²	1050	785	895	1310	1040	675	784	1020	1095
Prøvens egenvekt kg/m ³	174	165	175	181	188	183	177	179	177
Etter 4 t. ved 540° C									
Belastning i kg/m ²	308	346	593	590	187		453	578	
Prøvens egenvekt kg/m ³	167	164	164	167	162		175	170	
Etter 4 t. ved 650° C									
Belastning i kg/m ²	489	332	551	373		80,6	80,6	403	
Prøvens egenvekt kg/m ³	155	163	148	165			160	161	
Trykkekhold/ushet									
kg/m ² ved 10 % sam-									
mentrykning									
Opprinnelig	8590	7340	7300	8510	7460	4020	5510	6180	5780
Prøvens egenvekt kg/m ³	183	183	181	180	180	174	177	168	171
Etter 4 t. ved 540° C...	5110	4440	5720	5790	3540		4030	5930	3610
Prøvens egenvekt kg/m ³	170	160	161	170	163		174	168	152
Etter 4 t. ved 650° C...	4800	4420	5450	6680			2170	6020	4120
Prøvens egenvekt kg/m ³	156	158	156	144			139	154	161

Fiberplatene som er impregnert i henhold til oppfinnelsen på ovenfor beskrevne måte er fremstilt under bruk av et bindemiddel bestående av fenolresol fremstilt i henhold til følgende fremgangsmåte:

I et egnet reaksjonskar fylte man 50 deler fenol, 90 deler formaldehydoppløsning inneholdende 45 pst. formaldehyd og 3 deler bariumhydroksyd. Utgangsmaterialene ble blandet og oppvarmet under konstant omrøring ved hjelp av en propellrør. Satsen ble først oppvarmet til 43°C og holdt 3 timer ved denne temperatur. Reaksjonstemperaturen ble deretter forhøyet til 60°C, hvor den ble holdt ytterligere i 4 timer og deretter igjen forhøyet til 71°C hvor den ble holdt i 1 time. Reaksjonsblandingen ble så nedkjølt til 38°C og nøytralisert med fortennet svovelsyre til pH på ca. 7,2. Dette sluttprodukt ble fortynnet med vann til 65 pst. tørrgehalt. Man fremstilte et bindemiddel av dette ved oppblanding av fenolresolen med følgende materialer i nedenfor angitt rekkefølge:

Bestanddel	Mengde	Faste stoffer, kg
Vann	3380 l	
Gamma-aminopropyltriethoxysilan	0,77 kg	0,77
Ammoniumsulfat	3,2 kg	3,2
Dicyandiamid	109 kg	109
Ammoniakk	15,1 l	
Fenolresol	333 l	200
En mineralolje emulgert med stearinsyre	9,5 l	4,53

Bindemidlet ble fremstilt i en blandebeholder forsynt med propellrør og ved en temperatur på ca. 50°C. Sluttproduktet hadde et tørrstoffinnhold på ca. 8 pst. Vektforholdet mellom monomerdicyandiamid og fenolresol var ca. 35:65.

Den således fremstilte bindemiddelsammensetning ble sprøytet inn i en dyse hvorigjennom glassfibrene ble slynget ut på en perforert underlagstransportør. Fibrene ble oppsamlet i form av en tilfeldig sammenhengende ull-liknende masse inneholdende bindemiddelsammensetning. Mengden av bindemiddel var så stor at etter herdingen utgjorde vekten ca. 5 pst. av den totale ull-liknende masse. Herdingen skjedde i en ovn hvor man holdt en temperatur på ca. 230°C og hvor glassfibrene sammenføydd med bindemiddel oppholdt seg i ca. 5 min., og hvor massen ble presset tilstrekkelig sammen til å få plater med en tilsynelatende egenvekt på ca. 84—100 kg/m³.

Når en fiberplate (10,0—10,7 μ fibre) med et glødningstap på 5,5 pst., fremstilt på vanlig måte og ikke i henhold til oppfinnelsen, i ovnen ble utsatt for en temperatur på 650°C, brant bindemiddelsammensetningen bort i løpet av 1 time. Isolasjonsplater som foreligger på markedet og som inneholder resolbindemiddel uten aminoforbindelse som dicyandiamid har ennå lavere varmebestandighet.

Man vil forstå at ytterligere variasjoner i mengdeforholdene for bestanddelene i impregneringsbindemidlet er mulig innenfor rammen av oppfinnelsen. Således kan f. eks. vektmengden kaolin i bindemidlet variere fra 0—90 pst. fortrinnsvis mellom 50 og 80 pst. Bentonitmengden kan ligge mellom 10 og 90 pst. fortrinnsvis mellom 15 og 45 pst., og vektdelen borsyre kan variere fra 2 til 45 pst. fortrinnsvis 3 til 15 pst. Mengden pyrofyllit kan være opp til 50 pst., fortrinnsvis 20 til 35 pst.

Videre kan forholdet mellom uorganisk impregneringsmiddel-bindemiddel og organisk bindemiddel variere avhengig av det organiske bindemiddel, behandlingsbetingelsene og de ønskede egenskaper hos sluttproduktet. I alminnelighet er det imidlertid ønskelig å anvende et forhold på 2—20 deler uorganisk materiale pr. 1 del organisk materiale regnet i tørrvekt, hvorved det foretrukne forhold ligger på ca. 15—30 deler uorganisk pr. 1 del organisk materiale.

Videre kan bindemiddel-impregneringsmidlets innhold av faste stoffer variere fra en øvre grense på 40 pst. til en nedre grense på 5 pst., og viskositeten kan variere fra 5 cP opp til 100 cP.

Selv om herdningstiden og temperaturen for bindemiddel-impregneringsmidlet kan variere innenfor temmelig vide grenser, som fra 420 min. til 720 min. og fra 220°C til 290°C, er det for de fleste formål gunstig å anvende ca. 480—600 min. og en temperatur på ca. 220—245°C.

Oppfinnelsen kan modifiseres på flere måter innenfor rammen for det som ovenfor er beskrevet. Således kan f. eks. impregneringsmidlet anvendes på plater fremstilt ut fra et annet bindemiddelsystem eller med bindemiddelsystemer som likner det ovenfor beskrevne, men hvor man har brukt karbamid eller en annen aminoplast i ureagert form i stedet for dicyandiamid.

Patentkrav:

Fremgangsmåte for forbedring av varmebestandigheten ved glassfiberplater som er limte med et organisk bindemiddel, idet platene impregneres med en vannoppslemning av et uorganisk bindemiddel-impregneringsmiddel, bestående av a) en komponent inneholdende borsyre og leire og eventuelt b) en eller flere av følgende bestanddeler: inerte uorganiske fyll- eller fortynningsmidler, pigmenter, fargestoffer, mykningsmiddel, dispergeringsmiddel, pH-justerende stoffer i form av fosforsyre eller fosfater, hvorefter det impregnerte produkt tørkes og herdes ved oppvarmning, k a r a k t e r i s e r t v e d a t d e t i m p r e g n e r e s m e d e t b i n d e m i d d e l h v o r k o m p o n e n t e n a) består bare av borsyre og av ved borsyrens innvirkning til sur form overført leire i form av bentonitt eller bentonitt og kaolin.

Anførte publikasjoner:

U.S. patent nr. 3 002 857 (117/126).