

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningsskrift nr. 115 242

Int. Cl. C 04 b 43/02

Kl. 80 b-9/03

Patentsøknad nr. 145 342 Inngitt 7. august 1962

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. juli 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 2. sept. 1968

West Virginia Pulp and Paper Company, 230 Park Avenue, New York, N.Y., USA.

Oppfinner: Frank Jervey Ball. Charleston, S.G. U.S.A.

Fullmektig: A/S Bergen Patentkontor patentingeniør Thor Ringvold.

Fremstilling av mineralfibermatter.

Denne oppfinnelse vedrører fremstillingen av en matte av mineralfibre, hvor mineralfibere fremstilles ved opparbeidelse av smeltet mineral og et bindemiddel som er dispergert i en vandig væske inn i en oppvarmet atmosfære og deri til kontakt med de opparbeidete fibre for å oppnå en binding mellom fibrene der hvor fibrene kommer i kontakt med hverandre når de filtes sammen under dannelsen av en matte. —

De vanlige bestanddeler i mineralfibre av den forannevnte art er kvarts, kalk, aluminiumoksyd, magnesiumoksyd, soda, borsyre og liknende i forskjellige sammensetninger, samt mindre mengder av andre bestanddeler. Under fremstillingen av mineralullmatter overføres det smeltete mineral til fiberform eller filamentform ved fremgangsmåte og apparater som er velkjent i teknikken. Generelt sett omfatter disse fremgangsmåter opparbeidelsen av mineralmassen i smeltet tilstand til fiberform, som bibeholdes når

det smeltete mineral nedkjøles tilstrekkelig meget til at det mister dets flyteegenskaper. I visse arbeidstrinn av denne art bringes det smeltete mineral til å strømme gjennom elektrisk oppvarmete, siktliknende apparater i form av tynne strømmer inn i en stråle av damp eller oppvarmet luft. Eventuelt kan det smeltete mineral opparbeides ved å blande det med en strøm av damp eller luft, hvor strømmen i dette tilfelle sørger for opparbeidelsen av mineralet. En annen kjent opparbeidelsesmåte består i å blande smeltet mineral sammen med en strøm som kommer fra brennere av høy temperatur, så at mineralet når det føres bort av strømmen fra de sterkt oppvarmete brennere opparbeides, idet den høye temperatur hos brennerne letter fremstillingen av mineralfibre med særlig lave diametre. Opparbeidelse av smeltet mineral kan også gjennomføres med centrifugalkraft under anvendelse av en raskroterende spinneskive hvorfra de opp-

arbeidete filamenter slynges inn i en atmosfære hvori de nedkjøles til fast form.

Som følge av det trekk at mineralfiberne fremstilles ved opparbeidelse fra smeltet mineral, dannes fiberne under betingelser med særlig høy temperatur både når det gjelder selve fiberne og den atmosfære hvori opparbeidelsen foregår. Selv om man lar fiberne formes til en masse eller til et mattelignende legeme ved å bringe fiberne til å utfelles med en filtevirksomhet på en vandrende transportør, er det for mange formål ønskelig, for eksempel for isolasjon av kjøleskap, bygninger eller rør og for filtere, å styrke den fremstilte matte som oppnåes ved sammenfilting av fiberne ved å påføre et sammenklebende bindemiddel for å binde sammen fiberne ved deres kontaktpunkter. Den anvendte bindemiddelmengde kan variere over et stort område, alt etter de formål som de sammenbundete mineralfibere fremstilles for. Mineralfibermatter som inneholder fra omtrent 1 % til omtrent 15 % av vekten av bindemiddel brukes i stor utstrekning for å oppnå varmeisolasjon. For slike formål fremstilles det mineralfibermatter under betingelser hvor det hersker lavt eller intet trykk så at det oppnåes et materiale med lav tetthet som er kjennetegnet ved et stort antall mellomrom blant og mellom fiberne. For produkter av høyere tetthet kan det under fremstillingen anvendes høyere trykk. —

Det bindemiddel som anvendes for slike fibermatter er vanligvis harpiks av den varmeherdende fenolaldehydtype. For at fiberne skal bindes mere effektivt sammen, særlig når det er ønskelig med et lavt harpiksinnhold, er mineralfibermatter som regel blitt fremstillet ved å la en vandig oppløsning av fenolaldehydharpiksen i «A»-trinnet sprøytes inn i den varme atmosfære for det opparbeidete mineral, så at fiberne fører med seg harpiksen i klebende tilstand når de overføres til matteform. Når materialet til å begynne med opparbeides i fiberform, befinner luften som ligger nærmest opp til fiberne seg på en meget høy temperatur som nærmer seg temperaturen for det smeltete mineral, men etterhvert som fiberne beveger seg fra den sone hvor de først dannes, blir både de og luften som omgir dem mens de er i partikkelform, suksessivt kaldere og fiberne filtes sammen under dannelsen av en matte ved en temperatur som er gunstig for herding av den påførte varmeherdende harpiks, så at etterhvert som den fremstilte matte føres bort fra den sone hvor den dannes, kan harpiksen straks herdes under utnyttelse av restvarmen for arbeidstrinnet med fremstilling av fibermatten. Overoppvarming av den påførte harpiks før den herdes hindres eller senkes til et minimum ved det trekk at harpiksen innføres i et vandig miljø såsom en fortynnet vandig oppløsning, og fordampningen av vannet fra de innsprøytete dråper tjener både til å medvirke til å kjøle luften som omgir fiberne og å holde dråpenes temperatur nede takket være fordampningsvarmen for vanninnholdet i disse, når vannet overføres til damp. Etterhvert som vanninnholdet i dråpene minsker ved fordampning, blir dråpene mere viskøse og klebende, og etterhvert som fiberne nærmer seg herdetemperaturen, vil

de klebe til disse og binde fiberne sammen ved disses kontaktpunkter i den sammenfildete matte som de utfelles i. Utgangsfortynningen for harpiks med vann kan variere alt etter den utstrekning hvori fiberne og luften som omgir dem er blitt nedkjølt på det tidspunkt da strålen innsprøytes. I vanlig praksis er det ønskelig å anvende en forholdsvis tynn oppløsning av harpiksen, så som en 10 % oppløsning for å dra fordel av kjøleeffekten fra fordampningen av vannet fra oppløsningsdråpene, og å innføre oppløsningsstrålen ved et slikt sted at de innsprøytete dråper omdannes til en klebende, viskøs tilstand uten at harpiksen overoppvarmes, for å binde sammen de sammenfildete fibre ved en temperatur som er gunstig for herding til full varmeherdet tilstand. I ethvert tilfelle blir harpiksoppløsningen sprøytet inn i en luftatmosfære som ligger over vannets kokepunkt og som kan være ved en meget høyere temperatur som nærmer seg temperaturen for det smeltete mineral ved omtrent 1650° C, idet dråpene som nevnt foran beskyttes av deres vanninnhold så at man hindrer sterk termisk spaltning av harpiksen inntil fiberne og den atmosfære som de filtes i, kjøles ned til en temperatur av størrelsesordenen 260° C eller lavere, hvilket er en sikker temperatur for harpiksen. —

I en typisk arbeidsmåte for fremstilling av glassfiberisolasjon blir en vandig oppløsning av en «A»-trinns resol av omtrent 10 % konsentrasjon sprøytet inn i en atmosfære av damp som omgir de varme opparbeidete glassfibere under deres dannelsen og utfelling til matter, idet harpiksen vil klebe i viskøs, klebende tilstand til fiberne i mattefremstillingssonen ved en temperatur i nærheten av 232° C så at de danner omtrent 3 vekstprosent av glassfibermatten som fremstilles. Glassfibermatten fremstilles på en kontinuerlig vandrende bærer til ønsket tykkelse og underkastes straks varmeherding ved å føres gjennom en herdeovn hvori harpiksen holdes ved omtrent 232° C i omtrent 5 minutter. Mens harpiksen fremdeles er bearbeidbar og klebende, kan fibermatten underkastes trykk, idet graden av tilført trykk vil variere alt etter den tetthet som ønskes i det ferdige produkt. Det kan også tilføres trykk for at matten skal ha en mere jevn tykkelse, men trykktilførsel er ikke nødvendig og hvis det ønskes kan man unngå ethvert trykk. For varmeisolasjon kan mattens tetthet være i størrelsesordenen 24 til 128 kg pr. kubikkmtr, men ved å anvende høyere trykk og sterkere fylling av fiberne med harpiks, for eksempel opptil 60 eller 70 vekstprosent av den ferdige sammenbundete matte, kan det oppnåes tettere produkter. —

Et av de hovedproblemer som hittil har vært ansett som en nødvendig følge under fremstillingen av bindemiddelbehandlete mineralfibermatter er det som kommer fra det trekk at oppløsningen av «A»-trinnet av resolharpiks sprøytes inn i en atmosfære der som følge av arbeidets natur er så varm, samtidig som den på samme tid kontinuerlig nytiles og trekkes av, at samtidig med utviklingen av vanddamp vil det være en forholdsvis stor tapsprosent av harpiksen av fenolaldehydtypen som følge av dennes for-

dampning og tap til atmosfæren. Ytterligere tap forekommer under herdingen. Slike tap vil hyppig løpe så høyt opp som omtrent en tredjepart av tørrstoffet som inneholdes i den «A»-trinns resol som anvendes, selv i det tilfelle hvor de harpikser som anvendes i praksis velges slik at harpikstapene holdes på så lavt nivå som mulig. Slike tap er uøkonomiske og danner likeledes en uønsket ulempe ved at så meget fenolaldehydharpiks og harpikskomponenter føres ut i atmosfæren. I tillegg til det foranstående vil tapene av bindemiddel av fenolaldehydtypen dessuten bety en alvorlig innskrenkning med hensyn på den type bindemiddel som kan anvendes. Fenolaldehydharpikser i «A»-trinnet blir mindre flyktige etterhvert som polymeriseringen skrider frem, men blir likeledes mindre oppløselige i vann, med den følge at dersom det gjøres forsøk på å senke harpiksens flyktighet ved å føre polymeriseringen av de harpiksdannende komponenter lengere frem, kan det ikke oppnåes den ønskete fortykning for sprøytepåføring uten å anvende en øket mengde alkali for å holde resolen i oppløsning. Imidlertid ansees slike økete mengder alkali ikke for tillatelige på grunn av den uheldige innvirkning fra den økete alkalimengde på mineralet, og likeledes på grunn av dens uheldige innvirkning på motstandsevnen overfor vann og fuktighet. Fenolaldehydresoler av «A»-trinnet som er fremstillet under anvendelse av et forholdsvis høyt molforhold mellom formaldehyd og fenol har for en gitt polymeriseringsgrad en høyere molekylvekt enn slike som er fremstillet under anvendelse av et lavere molforhold. Av denne grunn er det blitt anvendt i praksis fenolaldehydharpikser, hvori molforholdet mellom formaldehyd og fenol ligger i nærheten av 2,5 : 1, til tross for det trekk at det finnes andre harpikser hvori molforholdet er lavere, og hvor disse oppviser vesentlig større styrke på en vekt-forvekt basis av tilbakeholdt harpiks, idet årsaken er den at hos slike andre harpikser blir tapene så høye at det er nødvendig å anvende den harpiks som er mindre effektiv, sett ut fra hensynet til styrken. —

Et formål ved denne oppfinnelse er å forbedre fremstillingen av mineralfibermatter av den type som er omtalt foran, så at man i stor utstrekning minsker harpikstapene som skyldes ved at harpiksen fordampes ut i den varme atmosfære som følger med mineralfibrene under deres fremstilling og utfelling til filtete matter.

Ytterligere et formål ved oppfinnelsen er å oppnå en meget vesentlig senkning av prisen på harpikskomponenten i de sammenbundete mineralfibermasser. —

Ytterligere et formål ved denne oppfinnelse er å gi en vesentlig øket styrke oppnådd med en gitt vekt av varmeherdende harpiks opptatt i en mineralfibermatte. —

I følge denne oppfinnelse er fremstillingen av mineralfibermatter av den foran beskrevne art blitt sterkt forbedret ved at det som bindemiddel anvendes en vandig flytende blanding av en A-trinns resol med fra 0,1 til 9 vektdele lignin pr. del resol. Ligninet er fortrinnsvis slik som

eller av samme kjemiske natur som det der fremstilles som et biprodukt fra alkalisk oppslutning under anvendelse av enten sodaprosessen, hvori oppslutningsvæsken inneholder natriumhydroxyd, eller sulfatprosessen hvori oppslutningsvæsken inneholder både natriumhydroxyd og natriumsulfid. Slik lignin kalles som regel i teknikken for «alkalilignin», og dette uttrykk vil likeledes bli anvendt her i og i kravene.

Den mengde alkalilignin som anvendes i blandingen med «A»-trinns fenolaldehydharpiks kan være meget høy, idet meget ønskelige egenskaper er blitt oppnådd under anvendelse av så meget som ni deler lignin til en del tørrstoff av «A»-trinns resol. På den annen side oppnåes de forbedringer man får ved oppfinnelsen, alltid når en viss mengde av alkaliligninet blandes med resolharpiksen, selv om det fra et praktisk synspunkt er ønskelig å bruke i hvertfall minst 0,1 deler lignin pr. del resolharpikstørrstoff. Det er et bemerkelsesverdig og ønskelig trekk ved denne oppfinnelse at ønskete egenskaper kan oppnås når ligninet danner fra omtrent 40 til omtrent 80 vektprosent, og optimale egenskaper oppnåes ved omtrent 60 til omtrent 75 % av blandingen.

Ved å anvende denne oppfinnelse blir det mulig å oppnå meget stor prisbesparelse. For en gitt mengde bindemiddel som skal utfelles på mineralfibrene blir således mengden av «A»-trinns resol som tapes ved fordampning, meget sterkt redusert. Det anvendte alkalilignin er så å si ikke-flyktig, og det er likeledes tilfelle at kombinasjonen av resolharpiks med ligninet resulterer i en vesentlig senkning av resoltapet. Følgelig blir tapene ved fordampning redusert ikke bare ved at fordampbarheten for resolen som bæres i den varme atmosfære for å fylles ut på mineralfibrene senkes, men også som følge av det trekk at en meget stor andel av bindemidlet fås fra den ikke-flyktige ligninkomponent. Den kumulative effekt resulterer i en meget sterk forbedring med hensyn på tap av bindemiddel.

Ytterligere prisbesparelse oppnåes også ved det trekk at alkalilignin er et biprodukt av særlig lav pris, og av det trekk at det oppnåes utmerkete egenskaper når ligninet danner en hovedandel av blandingen med den meget dyrere syntetiske fenolaldehydharpiks. —

Det danner også et både uventet og verdifullt trekk ved denne oppfinnelse at anvendelsen av alkalilignin resulterer i sterkt forbedret sammenklebingsstyrke, sammenliknet med harpiks i fravær av ligninet. Ved å anvende alkalilignin øker således styrken med en økning av størrelsesordenen 2 til 2,5 ganger det som oppnåes med harpikser som idag vanligvis anvendes for de mest effektivt sammenbundete mineralfibrene. En slik styrkeøkning oppnådd ved hjelp av bindemidlet gjør det mulig å oppnå produkter av høyere styrke med samme mengde bindemiddel, eller eventuelt å oppnå produkter med samme styrkeegenskaper under anvendelse av lavere mengder bindemidler, hvorved det oppnåes ytterligere prisbesparelser i tillegg til dem som allerede er nevnt. —

Et annet trekk og en annen fordel ved denne oppfinnelse består i det trekk at det kan tillates

et større utvalg av fenolaldeydharpikser som følge av det trekk at de metylolgrupper hvorigjennom det foregår selvpolymerisering av en «A»-trinns resol likeledes reagerer med reaktive grupper i ligninet så at det dannes et sampolymerisert produkt som er forskjellig fra både ligninet og fra det produkt som ellers oppnåes ved å herde harpiksen i fravær av ligninet. Følgelig blir det en fordel istendenfor en ulempe, sett med hensyn på styrken, å anvende en resol fremstillet under anvendelse av et høyt forhold mellom aldehyd og fenol, som følge av det trekk at en større prosentandel av metylolgrupper gir et større antall grupper som kan reagere med lignin og derved gi et harpiksprodukt av høy molekylvekt med senket flyktighet og med en molekylstruktur som fremmer høy styrke. Dessuten er nærværet av en høyere mengde metylolgrupper gunstig med hensyn på reaksjon med forholdsvis høye mengder lignin i forhold til resolen, og vil likeledes være tilbøyelig til å senke flyktigheten i og for seg hos resolen. —

Lignin har hatt en begrenset anvendelse i praksis, hovedsakelig på grunn av dets fysiske og kjemiske egenskaper. Således er lignin ikke motstandsdyktig overfor vann og er oppløselig i alkaliske oppløsninger. Dessuten er det en ikke-varmeherdende termoplast som er tilbøyelig til å spaltes hvis det oppvarmes over omtrent 200° C, og som, dersom det i det hele tatt kan formes ut fra den amorf, pulveriserte tilstand som det utvinnes i, bare gir en skjør masse med lav eller ingen styrke. Det er av disse årsaker at de store mengder som opptrer som et biprodukt under utvinningen av frie cellulosefibre enten går i kloakken slik det forekommer i oppløsningen som fraskilles fra fibre, eller bare utnyttes ved delvis fordampning av vanninnholdet i ligninoppløsningen og derpå følgende innsprøyting av det resulterende konsentrat inn i en ovn hvor ligninet forbrennes og hvorfra de uorganiske behandlingskjemikalier som anvendes under pulpopparbeidningen iallfall delvis kan utvinnes. Når lignin utvinnes under pulpopparbeidelsen i tørr tilstand, er det som regel i form av et amorft brunt pulver og kan kjøpes fra produsenten til en pris på bare noen få ører pr. kg. —

Slik lignin forekommer i naturlig lignocellulosemateriale er det et sterkt sammensatt stoff i form av en uregelmessig polymerstruktur, hvori det er antatt at den grunnleggende molekyloppbygging er oppnådd fra alkoholer av koniferyltypen hvor det oppstår gjentatte propylfenolenheter. Den nøyaktige struktur for lignin er imidlertid uviss. Det har vært utført et enormt forskningsarbeide for å bestemme strukturen for lignin, men frem til dags dato har det ennå ikke vært gitt noen struktur som gir tilfredsstillende forklaring på alle de kjemiske og fysiske egenskaper hos lignin. Nærværet av eterforbindelser inne i strukturen og nærværet av benzenringer, metoxygrupper og både alkoholiske og fenoliske hydroxylgrupper er imidlertid blitt fastlagt med sikkerhet. —

Slik lignin forekommer i naturen, kalles det som regel «proto-lignin», og varierer endel alt etter den bestemte kilde for lignocellulosematerialet. Hovedvariasjonen hos lignin, alt etter dets

opprinnelse, synes å være antallet av metoxygrupper som finnes i molekylet. Det er således blitt anslått at hardtrelignin inneholder omtrent 20 til 21 vektspersent metoxygrupper, at lignin fra myke tresorter inneholder omtrent 14 til 15 vektspersent metoxygrupper, og at lignin fra gressarter inneholder bare omtrent 0 til 1 vektspersent metoxygrupper. Imidlertid er metoxygruppene som inneholdes i lignin så å si ikke reaktive og slike forskjeller i innholdet av metoxygrupper antas ikke å være av synderlig viktighet i forbindelse med gjennomføringen av den foreliggende oppfinnelse. —

Når protolignininnholdet i naturlig forekommende lignocellulosemateriale skilles fra cellulosefibre og senere utvinnes, påvirkes det naturlig forekommende protolignin av utvinningsprosessen, med den følge at det lignin som vanligvis i teknikken kalles for lignin, er ligninet slik det utvinnes, i motsetning til det protolignin som forekommer i det naturlige lignocellulosemateriale. Under den praktiske gjennomføring av denne oppfinnelse er det det utvunnet lignin som anvendes og som det henvises til heri. Som følge av den mere sammensatte natur hos det naturlig forekommende protolignin, er dette ikke egnet for anvendelse ifølge den foreliggende oppfinnelse.

Under opparbeidelse av naturlig lignocellulosemateriale, hvor fibre frigjøres fra den naturlige lignocellulose, blir alkaliligninet oppløst i oppslutningsvæsken som et salt av lignin, og utvinnes vanligvis fra oppslutningsvæsken ved syreutfelling etterat oppslutningsvæsken er blitt skilt fra fibre. Alkaliligninet kan utvinnes fra en slik syreutfelling som fritt lignin eller som et ligninsalt, alt under de spesielle betingelser hvorunder ligninet oppnåes. Hvis ligninet utfelles ved en høy pH av størrelsesordenen omtrent 9,5 til 10,0, oppnåes saltet av lignin. Hvis ligninet på den annen side utfelles ved en lav pH av størrelsesordenen omtrent 2,0 til 5,0, eller dersom ligninet som ble utfelt ved en høy pH syrevaskes for derved stort sett å befri ligninet fra dets salt, oppnåes fritt lignin. Dessuten kan det oppnåes lignin av svakt forskjellige egenskaper, alt etter den pH hvorved ligninet utfelles fra oppslutningsvæsken. Således kan en oppslutningsvæske med en pH på 12,5 behandles med syre for å gi en pH på 10,0, hvorved en del av lignininnholdet i oppslutningsvæsken vil bli utfelt. Men dersom det således utfelte lignin fjernes og oppslutningsvæsken surgjøres ytterligere til en pH for eksempel 9,0, vil det bli utfelt en annen fraksjon. Denne prosess kan fortsettes inntil alt ligninet er blitt utfelt ved en meget lav pH. De forskjellige fraksjoner av lignin som derved er blitt utfelt, har når de befinner seg i eller er overført til fritt lignin, svakt forskjellige egenskaper, såsom oppløseligheten, hvilket antas å måtte tilskrives at det ved de forskjellige pH-nivåer er blitt utfelt lignin med litt forskjellige molekylvekter.

Under den praktiske gjennomføringen av denne oppfinnelse er det klart å foretrekke å anvende alkalilignin i den frie sure form, som likeledes heri vil bli kalt for fri lignin. Når imidlertid maksimale betingelser med hensyn på både styrke og motstandsevne mot vannabsorpsjon er av

mindre betydning, kan det anvendes lignin som inneholder en vesentlig mengde av uorganisk materiale, og således kan det anvendes typisk lignin i form av dets alkalimetallsalt. Imidlertid er det vanligvis uønsket å ha en overskuddsmengde av uorganisk materiale tilstede i binde- midlet for mineralfibrene, og av denne grunn er det vanligvis uønsket å anvende lignin som inneholder mere enn omtrent 12 % aske. Dessuten antas det at nærværet av vesentlige mengder alkalimetall har en skadelig innvirkning på glass, særlig på aldring, og både av denne grunn og av de grunner som er nevnt foran, er det en foretrukket praksis ved denne oppfinnelse å anvende fritt lignin, idet lignin som inneholder mindre enn 1,5 % aske betraktes heri og i kravene som fritt lignin, selv om lignin som inneholder mindre enn 1 % aske gir ytterligere bedre resultater ved oppfinnelsens gjennomføring. Når det heri henvises til anvendelsen av fritt lignin sammen med en resol eller i oppløsning sammen med en resol, vil det forstås at det henvises til fritt lignin som er tilsatt til eller oppløst sammen med resolen, samtidig som den endelige tilsetning av den alkaliske katalysator for resolen er et trekk som forstyrrer dette bilde. —

Når det gjelder den kombinerte resol og lignin, foretrekkes det ved oppfinnelsens gjennomføring at blandingen av lignin og resol ikke inneholder mere enn omtrent 3 % aske, og det foretrekkes at askeinnholdet er lavere enn 1 %. Når det hensees til reaktivt alkalimetall foretrekkes det at reaktivt alkalimetall ikke forefinnes i større utstrekning enn 1 vektprosent av tørrstoffene i den herdede harpiks. Lignin i den fri syreform er uoppløselig i vann, mens lignin utvunnet slik at den inneholder en vesentlig mengde alkalimetallsalt er vannoppløselig. Slik uttrykket «alkalilignin» anvendes heri og i kravene henvises det til både den oppløselige alkalimetallsaltform og til den vannuoppløselige fri ligninform. —

Når det heri henvises til «askeinnholdet», menes det hermed askeinnholdet bestemt ved å plasere 4 gram resol eller resoloppløsning i en platinadigel, oppvarmet ved 135° C i tre timer og deretter å oppvarme i en muffelovn ved omtrent 800° C inntil det oppnås konstant vekt, hvilket som regel krever omtrent 8 timer. Med mindre annet er angitt, uttrykkes askeinnholdet som prosentandeler av tørrvekten av tørrstoffer. —

Arten av reaksjoner mellom formaldehyd og en fenol ved kondensasjon og/eller polymerisasjon er vesensforskjellig alt etter hvorvidt disse reaksjoner gjennomføres i nærvær av en alkalisk katalysator eller i nærvær av en syrekatalysator. Når det anvendes en alkalisk katalysator, består den første reaksjon hovedsakelig i at det fremstilles metylsubstituenten i benzenringen hos fenolen, og det opprinnelig fremstilte reaksjonsprodukt er oppløselig i vann eller visse organiske oppløsningsmidler såsom metanol eller etanol, med eller uten nærvær av endel vann. Reaksjonsproduktet i denne tilstand kalles for «A-trinns harpiks» og slike alkalikatalyserte produkter benevnes generelt som «resoler». Denne A-trinns resol er likeledes oppløselig i alkaliske oppløsninger og brukes som regel som utgangsmateriale

i denne tilstand. Ytterligere reaksjon resulterer i polymerisering av metylolfenolene så at det dannes et produkt som er uoppløselig i alkaliske oppløsninger, og reaksjonsproduktet i denne tilstand blir vanligvis benevnt som «B-trinns». Ytterligere polymerisering ved høyere temperaturer resulterer i omdannelsen av B-trinns harpiksen til den varmeherdede tilstand som den vanligvis befinner seg i hos ferdigfremstilte produkter, og denne tilstand benevnes som regel som «C-trinnet». De forskjellige reaksjonstrinn gjennomføres uten tilsetning av noe herdemiddel. Alkaliske katalysatorer som vanligvis brukes for å katalysere fenol-formaldehyd-reaksjonen er oksydene og hydroxydene av alkalimetaller og jordalkalimetaller, ammonium samt aminer såsom etanolamin. Katalysatormengden kan være fra omtrent 0,1 % til 15 %. —

I motsetning til resolene fremstilt ved alkalisk katalysert reaksjon mellom formaldehyd og en fenol, resulterer nærværet av en syrekatalysator i en forskjellig reaksjonsmekanisme som resulterer i høyere polymerisert reaksjonsprodukter som vanligvis kalles i teknikken for «novolaks». Slike novolaker har ikke resolenes oppløselighet og utnyttes som regel ved å gjennomføre en herdning i nærvær av en vesentlig mengde av et herdemiddel, såsom hexametylen-tetramin. —

Det er viktig under den praktiske gjennomføring av denne oppfinnelse at fenolaldehyden bringes til A-trinnet før den blandes med ligninet. For at fenolaldehyden skal være polymeriserbar ved reaksjon med seg selv og reaksjon med ligninet, er det viktig at reaksjonen mellom fenolen og aldehydet fortsetter inntil reaksjonen har resultert i at det er dannet metylgrupper, hvilket er karakteristisk for en A-trinns resol. Dersom ligninet blandes for tidlig med fenolaldehyden, forstyrres reaksjonen for dannelse av metylolgruppene, og denne danner en viktig del av den varmeherdende reaksjon. —

A-trinns resoler er kjennetegnet ved at en eller flere metylolgrupper substitueres ved de reaktive steder i molekylet i en fenol. I en typisk resol som sådan, reagerer metylolgruppene med hydrogenen i aktive stillinger på andre molekyler av en fenol, og når lignin som nevnt foran er tilstede, antas det at metylolgruppene i et fenolmolekyl reagerer med de alkaliske hydroksyler i ligninet. En typisk resol består ikke av en eneste forbindelse, men er som regel en blanding av forskjellige isomerer og homologer. Således vil ifølge Sprengling and Freeman, Journal of the American Chemical Society, bind 72, sider 1982—1985 (1960), reaksjonsproduktet av formaldehyd og fenol med et forhold på en del fenol til 1,4 deler formaldehyd under anvendelse av natriumhydroxyd som katalysator, resultere i følgende sammensetning:

Komponenter i reaksjonsprodukt Mol % tilstede

Fenol	5—10
O-metylofenol	10—15
P-metylofenol	35—40
2,4-dimetylofenol	30—35
2,4,6-trimetylofenol	4—8

Når forholdet mellom formaldehyd og fenol er høyere enn 1,4:1, økes andelen av 2,4,6-trimetylofenol (som også kan angis som 2,4,2'-trimetylofenol), og i nærvær av en vesentlig mengde fri lignin er det å foretrekke at resolen inneholder en hovedandel av trimetylofenol. —

De resoler som fremstilles i teknisk målestokk varierer med hensyn på polymeriseringsgraden, men de er fremdeles i A-trinnet alt etter hvilket anvendelsesformål resolene er beregnet for. I den foranstående tabell over komponenter som finnes i en typisk resol, er komponentene i en hovedsakelig ureagert tilstand forut for polymeriseringen, men i det fleste handelsvanlige resoler har det faktisk allerede funnet sted en viss grad av polymerisering, alt etter graden av omdannelse forut for overføringen av resolen fra A-trinnet til B-trinnet. I den opprinnelige eller lavtrinns fremføring er resolen vannoppløselig og blir mindre og mindre oppløselig, etter hvert som omdannelsen skrider frem. —

Fremstillingen av en vandig blanding av lignin og A-trinns resol som er egnet til å utsprøytes, gjennomføres fortrinnsvis ved å blande en vandig oppløsning av A-trinns resol med en vandig oppløsning av lignin. For sprøytepåføring er det vanlig praksis å fremstille en vandig oppløsning, fordi vann er et billig oppløsningsmiddel og ikke gir noen problemer med gjenvinning eller sikring. Imidlertid er det ingen tekniske grunner til at oppløsningen ikke skulle inneholde andre oppløsningsmidler, såsom etanol eller metanol, idet oppløsningsmidlet forsvinner ut i den oppvarmete atmosfære i det første trinn under sammenbinding av fibre, hvori termoplastharpiks utfelles på fibre. Når det gjelder lignin i form av dets natriumsalt, så er ligninet fritt oppløselig i vann og vannoppløsningen med ønsket tørrstoffinnhold kan bare blandes med en vandig oppløsning av A-trinns resol for å gi en vandig oppløsning som inneholder tørrstoff i ønsket mengde og med ønsket innbyrdes forhold mellom lignin og resol. Når det gjelder fritt syrelignin, som er uoppløselig i vann, kan det oppnåes en vandig oppløsning ved å anvende ammoniakk for å overføre det fri syrelignin til dets ammoniumsalt. Omtrent 4 % NH_3 beregnet på vekten av fritt lignin er vanligvis tilstrekkelig til å gi fullstendig oppløsning. Oppløsningen kan lett gjennomføres ved å dispergere ligninet i pulverform i den ønskete mengde vann og deretter tilsette ammoniakk mens oppslemmingen omrøres for å oppnå intim kontakt mellom ammoniakken som oppløses i vannet og ligninpartiklene i suspensjon. Oppløsningen kan fremmes ved varmetilførsel, for eksempel ved oppvarming til en temperatur på omtrent 82° C. Varmen kan med fordel tilføres ved å kondensere damp i direkte kontakt med oppslemmingen. Istedenfor ammoniakk kan det anvendes et amin såsom dimefylamin for å gjøre det fri lignin oppløselig. Eventuelt kan det anvendes et alkalimetallhydroxyd eller hydroxyd for å gjøre fritt lignin oppløselig, men det foretrekkes å anvende ammoniakk fordi denne er flyktig og ikke innfører aske, hvilket ville resultere i at motstandsevnen mot fuktighet senkes. —

Under en typisk gjennomføring av oppfin-

nelsen i praksis blir det fremstillet en ammoniakalsk, vandig fellesoppløsning av fritt lignin og en A-trinns resol, og denne inneholder fra omtrent 3 til omtrent 50 % tørrstoffer regnet på vekten av oppløsningen, for eksempel 10 %, idet forholdet mellom resol og fritt lignin er slik at det finnes omtrent 1/10 til 9 deler lignin pr. del A-trinns resol, for eksempel 3 deler til 1 del. For å binde sammen en glassfibermatte hvori glassfiberne fremstilles ved å bringe glass til å passere gjennom et stort antall små dyser inn i høytrykksdamp med derpå følgende størkning av fibre mens de er omgitt av dampatmosfæren, blir den vandige ammoniakkoppløsning sprøytet inn i dampatmosfæren som glassfiberne forefinnes i forut for mattefremstillingen. Temperaturen under innføringen i høytrykksdampen og varmetilførselen når det smeltete glass innføres i fiberfremstillingssonen er vesentlig høyere enn den ønskete herdetemperatur, for eksempel 450° C. Arbeidstrinnet gjennomføres vanligvis slik at de bindemiddelbærende fibre, når de tas ut fra mattefremstillingssonen, vil befinne seg ved eller nær ved den ønskete herdetemperatur. Når den vandige ammoniakalske oppløsning innføres i den varme atmosfære, vil både vanddamp og ammoniakk fordampe, med den følge at dråpene som blir blandet inn i de adskilte fibre blir omdannet fra den lettflytende tilstand hvori de innsprøytes og til en viskøs, klebende tilstand, hvori ligninet og A-trinns resolen befinner seg i innbyrdes oppløsning med hverandre i en varme- myknert tilstand. Når fibre blir utfelt under dannelse av en filtet matte, vil de klebende dråper hefte ved fibre i form av et stort antall innbyrdes ikke adskilte, i jevnt fordelte partikler, så at når fibre kommer i kontakt med hverandre, vil det klebende bindemiddelmaterialer bringe fibre til å hefte ved hverandre ved deres kontaktpunkter. Fibrene omdannes følgelig til en matte mens de fører med seg bindemidlet i et kontinuerlig arbeidstrinn, hvilket gjør det mulig å bygge opp matten til enhver tykkelse som måtte ønskes, fordi de filtete fibre føres kontinuerlig avgårde, for eksempel ved hjelp av en egnet bærer, fra det området hvor fibre opprinnelig dannes og til det sted hvor den filtete matte dannes. —

For isolasjonsformål kan mengden av bindemiddelharpiks som opptas av glassfiberne med fordel være på fra omtrent 1 % til omtrent 15 %, for eksempel omtrent 3 %. Mens det tilsatte bindemiddelharpiks fremdeles er klebende og varme- myknert, kan matten presses sammen til enhver ønsket sammenpressingsgrad, alt etter det bruksformål som den sammenklebete matte er beregnet for. Tilfredsstillende herding gjennomføres vanligvis gjennom temperaturer mellom 120° C og 260° C som opprettholdes fra omtrent ett minutt til tretti minutter. Som et typisk tilfelle kan herdingen gjennomføres ved omtrent 230° C i syv minutter. —

Når fritt lignin anvendes i en ammoniakalsk, felles oppløsning med resolen, vil fordampningen av ammoniakken resultere i at PH senkes, og mens den anvendte resol alkalikatalyseres, vil surhetsgraden hos det fri lignin tjene til å senke pH for resolen, så at herdingen som ønsket gjen-

nomføres under nøytrale eller svakt sure betingelser. —

Fordi fremstillingen av sammenklebete, fil-tete mineralfibermatter innbefatter det trekk at det anvendes fremstillingsutstyr med høy kapasitet, brukes det vanligvis et laboratorieforsøk som middel til å bestemme hvorvidt harpiksbindemidlene er egnet. Ved dette laboratorieforsøk blir bindemidlet påført på korn som formes og herdes i form av en blokk av langstrakt form som etter herding undersøkes på dens styrkeegenskaper, idet mineralet i kornene er det samme som mineralet i mineralfibrene som skal klebes sammen. Ifølge dette forsøk blir harpiksbindemidlet som skal undersøkes, fremstillet i form av en vandig oppløsning med et spesifisert innhold av tørrstoff, for eksempel 20 % tørrstoff. En tilstrekkelig mengde av oppløsningen tilsettes til kornene så at det vil være en spesifisert prosentandel av harpikstørrstoffer tilstede, i forhold til vekten av kornene. Denne prosentandel er vanligvis 3 %. Kornene som opptar harpikstørrstoffene plasseres i en form ved omtrent 230° C for å gi det langstrakte prøvestykke, og så snart som formen er fylt, underkastes de formete korn herding under et utvendig tilført trykk ved å holdes ved 230° C i syv minutter. Under herdingen utdrives de flyktige stoffer, såsom vann og ammoniakk, og harpiksen herder ved en varmeherdingsreaksjon. Etterat det herdete prøvestykke er blitt nedkjølt til prøvetemperaturen, kan styrkeegenskapene bestemmes. —

Under oppnåelse av de data som er oppført i det nedenstående, ble det fremstilt langstrakte prøveblokker under anvendelse av glassperler som ved halsen hadde et tverrsnitt på 6 mm. Prøvestykkene ble undersøkt på strekkstyrke under anvendelse av en C. P. Universal Sand Strength Machine No. 401 fremstillet av Harry W. Dietert Co., Detroit, Mich. Den prøve som ble foretatt, var ifølge Tentative Shell Tensile Test godkjent av The American Foundrymen's Society, som angitt i utgaven fra desember 1955 av Modern Castings, bortsett fra at glassperler ble anvendt istedenfor sand og bortsett fra at formetemperaturen ble holdt så å si konstant ved 230° C under innføringen og herdingen istedenfor å nedkjøles til 205° C under innføringen, etterfulgt av herding ved 230° C. De anvendte glassperler hadde følgende midlere sikteanalyse:

Mesh	%
140	72,9
200	17,7
325	9,0
Rest	0,4

Den meget markerte forbedring av styrkeegenskapene som ble oppnådd ved å blande lignin med en A-trinns resol vises klart i samband med glassperleblokkprøven. A-trinns resoler fremstillet under anvendelse av forskjellige molforhold mellom fenol og formaldehyd i hvert tilfelle ble påvirket avgjort gunstig ved innblanding av lignin heri, slik det fremgår av den meget vesentlige økning i strekkstyrken. —

I en rekke av prøver ble det anvendt en A-trinns resol som er av den type som hittil har vært anvendt i praksis under sammenklebing av glassfibermatter. Denne resol, som kan benevnes for identifikasjonens skyld som Resol nr. 1, er en resol fremstillet ut fra fenol og formaldehyd i forholdet omtrent 2½ mol formaldehyd til 1 mol fenol. Resolen er en som under fremstilling alkalikatalyseres under anvendelse av bariumhydroksyd, idet alkaliet før bruken av harpiksen nøytraliseres med svovelsyre. Denne resol, som er vannoppløselig, ble blandet med en oppløsning av fritt lignin under anvendelse av omtrent 2 mol ammoniakk pr. ett mol lignin (beregnet etter en midlere molekylvekt på 1000), og oppløsningen som ble påført på glassperlene ble fremstillet slik at den inneholdt 20 % tørrstoff, men med forskjellige forhold mellom lignin og resol. Oppløsningen ble påført på glassperlene så at harpikstørrstoffene dannet tilnærmet 3 % av tørrvekten for den herdete blokk. —

En liknende rekke prøver ble gjennomført på alle måter slik som beskrevet foran, bortsett fra at det ble brukt en annen resol som anvendes i praksis for sammenklebing av glassfibermatter, og denne resol benevnes heri som Resol nr. 2. —

En annen lik rekke prøver ble gjennomført, bortsett fra at den anvendte resol i dette tilfelle var trimetylofenol. Trimetylofenol kan fåes i handelen som en omtrentlig 70 % vandig oppløsning under benevnelsen BRLA 1030 fra Bakelite Co., Inc. Viskositeten for BRLA 1030 ved 25° C, slik den var anvendt, var 126 centipoises, og dens pH var 7,7, og askeinnholdet var 0,812 % på tørrstoffbasis. —

En annen liknende prøverekke ble gjennomført, bortsett fra at den anvendte resol var en resol som selges av Bakelite Co., Inc. under handelsbetegnelsen BRL 1100. Dette er en A-trinns resol som inneholder 67,7 % tørrstoff og har en viskositet på 105 centipoises ved 25° C og en pH på 7,7. Askeinnholdet for denne resol er 0,384 % på tørrstoffbasis. Produktlitteraturen for denne resol beskriver den som «en lavviskositetsfenolharpiks som kan fortynnes ubegrenset med vann i en viss tid etter fremstillingen.» — BRL 1100 anvendes som bindemiddel under fremstilling av glassullisolasjonsmateriale og som impregneringsmiddel for komprimert treverk. —

Resultatene for de forannevnte forsøksrekker under anvendelse av Resol nr. 1, Resol nr. 2, trimetylofenol og BRL 1100 er angitt i tabell 1. —

Tabell 1.

Bindemiddelblanding			Strekstyrker kg/cm ²		
% Ligning	% Resol	Resol Nr. 1	Resol Nr. 2	Trimetyl- fenol	BRL 1100
0	100	12,7	19,3	14,2	25,5
10	90	—	25,1	23,0	28,2
20	80	—	27,8	32,0	26,5
30	70	20,6	32,4	26,1	27,2
50	50	26,7	38,7	31,2	28,3
70	30	32,7	34,2	32,3	33,3
80	20	—	35,5	33,6	31,1
90	10	20,5	18,7	18,1	20,0
100	0	2,9	2,9	2,95	2,9

Det er bemerkelsesverdig at mens ligninet, før det anvendes alene gir meget lav styrke, langt lavere enn sammenliknet med styrken for den anvendte resol i og for seg, vil tilsetningen av lignin i hvert tilfelle resultere i en meget vesentlig styrkeøkning selv ved bare forholdsvis lave tilsetninger av lignin, mens ytterligere tilsetninger ga en styrkeøkning så høy som 2,5 ganger den styrke som ble oppnådd under anvendelse av resolen alene. Det er også bemerkelsesverdig at maksimal styrke oppnåes når ligninet er i overskudd, idet optimum ble oppnådd når forholdet mellom lignin og harpiks er om trent 7:3, og at styrken fremdeles er høy selv når forholdet mellom lignin og resol er så høyt som omtrent 9:1. —

Det ble også foretatt ytterligere prøver ved et bindemiddelevel på 1—½ %. Tyspisk for resultatet av disse prøver var en styrke på 14 kg/cm², som ble oppnådd under anvendelse av 70:30 lignin: Resol No. 1, og en styrke på 5,3 kg/cm² som ble oppnådd under anvendelse av ren Resol nr. 1. Det er interessant å bemerke at ved bindemiddelevel på 1—½ % ga den foranstående blanding av lignin og resol en høyere styrke enn den styrke som ble oppnådd under anvendelse av ren Resole nr. 1 ved et nivå på 3 %, hvor det ble anvendt dobbelt så meget bindemiddel. —

Når avslippte glasspartikler fra de herdete prøvestykker hvori det var anvendt rene resoler ble betraktet under et stereoskopisk mikroskop ved en forstørrelse på 90, viste disse en merkbar forskjell fra glasspartikler hvori det var anvendt en blanding av lignin og resol. Disse forskjeller kan forklare den store forskjell i styrke som ble oppnådd. Mens den rene resol viste seg hovedsakelig å opptre på glassperlene i form av små kuler som binder to og tre glassperler sammen, viste det seg at blandingen av lignin og resol opptrådte jevnt fordelt på glassperlene i form av en tynn film. Fordelingen av bindemidlet i form av en film, hvilket antyder større flyteevne hos bindemidlet, muliggjør høyere vedheftingsevne for harpiksen til de enkelte perler og muliggjør også sammenbinding av et meget større antall perler. —

Den utstrekning hvori bindemiddeltap ut til

en oppvarmet atmosfære senkes ved å blande lignin med en A-trinns resolharpiks påvises med et laboratorieforsøk, hvori en oppløsning av bindemiddel som skal undersøkes, påføres på en viss mengde glassfibre omdannet til en åpen matte, så at det resulterende belegg som opptas av overflatene på de enkelte fibre blottlegges mot den atmosfære som de er plasert i. Fibrene plasseres i en siktekurv fremstillet ut fra en kobbertrådsikt av middels vekt, hvor kurven måler omtrent 5 x 5 x 5 cm. Kurven som inneholder glassfibre dyppes ned i en vandig oppløsning av bindemidlet som skal undersøkes, ved en konsentrasjon på 20 % tørrstoff, og kurven og fibrene befries for overskudd av bindemiddelopløsning ved å la overskuddet dryppe av fra kurven. Når kurven er dryppefri, blir den øyeblikkelig opphengt i en ovn ved 230° C. Kurven veies raskt før den plasseres i ovnen, og ved bestemte tidsintervaller deretter. Veingen gjennomføres med en nøyaktighet på 0,01 gram. Under prøvens oppholdstid i ovnen er det et tap av vandig oppløsningsmiddel, og i den utstrekning som selve bindemidlet er flyktig, foregår det et tap av bindemiddel samtidig som det flyktige oppløsningsmiddel. På grunn av at bindemidlet påføres ved dypping, er forholdet mellom bindemiddeltørrstoff og mineralfiber høyere enn når fiberen besprøytes med bindemiddelopløsning i et vanlig arbeidstrinn i praksis, og mens det tidsrom hvori det oppnås stort sett konstante betingelser er høyere av denne årsak, korresponderer prøveresultatene som oppnås til dem som oppnås under praktisk drift med hensyn på tap av bindemiddel. —

I den etterfølgende tabell 2 blir effektiviteten for lignin når det gjelder å oppnå fullstendig hindring av bindemiddeltap, demonstrert i motsetning til de meget høye bindemiddeltap som forekommer når det gjelder vanlige A-trinns resoler, idet de resoler som i dette forsøk ble anvendt var Resole nr. 1 og BRL 1100 som er nevnt foran, idet de i et forsøk ble anvendt alene og i et annet forsøk ble anvendt i kombinasjon med fritt lignin som dannet 70 % av tørrvekten for bindemiddelblanding:

Tabell 2.

Tid i oven minutter	Resole No. 1	Gram bindemiddelopløsning tilbakeholdt		
		30 % Resole Nr. 1 70 % lignin	BRL 1100 100 %	30 % BRL 1100 70 % 1
0	4,20	4,93	4,38	4,32
1	3,09	3,29	2,87	2,92
2	2,28	2,50	1,93	2,23
3	1,71	1,95	1,70	1,79
4	1,30	1,54	0,81	1,36
5	0,82	1,29	0,65	1,23
15	0,57	0,96	0,62	0,97
25	0,56	0,94	0,63	0,97
35	0,55	0,93	0,63	0,94
Påført tørrstoff	0,84 g	0,987 g	0,876 g	0,864 g
% tilbakeholdt	65,5	94,2	71,9	109,3

Det vil fremgå av den foranstående tabell at under de forsøksbetingelser som er beskrevet foran, er tapet av bindemiddel av størrelsesordenen omtrent 28 til 34 % når det gjelder harpiksene henholdsvis BRL 1100 og Resole No. 1. Når disse harpikser ble blandet med lignin så at ligninet dannet 70 % av blandingen, ble det i realiteten oppnådd fullstendig bibehold av bindemidlet. Dette er viktig, idet det viser at i tillegg til at ligninet er hovedsakelig ikke-flyktig, vil nærværet av lignin dessuten hindre så å si ethvert tap av resolen. Dette antas å kunne tilskrives ikke bare den fysikalske innvirkning fra ligninet, men også det trekk at ved den anvendte ovnstemperatur foregår det en herding hvori resolen og ligninet trer inn i en harpiksdannende reaksjon under fremstilling av en harpiks med meget lav flyktighetsgrad sammenliknet med den resol som opprinnelig ble anvendt.

Anvendelsen av bindemidler av lignin og resol i praktisk målestokk når det gjelder fremstillingen av glassullisolasjon har bekreftet de resultater som ble oppnådd ved laboratorieforsøkene. Under anvendelse av et forhold mellom lignin og resol på bare 1:2 ble det fremstilt isolasjonsmatter av glassull med meget tilfredsstillende egenskaper. Når disse matter ble betraktet under stereoskopmikroskopet, oppviste de også den bedre filmdannende tendens enn den rene resol. —

Selvom det foretrekkes å fremstille en vandig blanding av ligninet og en A-trinns resol ved å bringe både resolen og ligninet til å inngå i en innbyrdes, felles oppløsning, er det ikke nødvendig for hverken resolen eller ligninet å befinne seg i virkelig oppløsning, når disse sprøytes inn i den varme atmosfære som omgir mineralfibrene. Selv om en alkalikatalysert resol kan fortynnes til den ønskete fortynningstilstand uten utfelling, kan man således anvende en ammoniakalkatalysert resol av den type som er tilbøyelig til å falle ut av oppløsning ved fortynning med vann. I et slikt tilfelle kan resolen fortynnes så at det dannes en vandig dispersjon av resolen, og en vandig oppløsning av ligninet kan tilsettes hertil. En slik dispersjon kan sprøytes inn i den varme atmosfære, og når den utsettes for den varme atmosfære og det vandige oppløsnings-

middel fordampes, utfelles det oppløste lignin på resolpartiklene så at det dannes en felles oppløsning som er viskøs og klebende ved de anvendte temperaturer. Eventuelt kan en lignindispersjon blandes med en vannoppløselig resol, og ved å sprøyte denne inn i den varme atmosfære, blir resolen i dette tilfelle oppløst sammen med ligninet så at det oppnås en viskøs, klebende blanding som utfelles på mineralfibrene. For eksempel kan det fremstilles en lignin-oppslemming ved å kullsyrebehandle en oppløsning av fritt lignin i ammoniakk for å utfelle det frie lignin, eller eventuelt kan den ammoniakalske lignin-oppløsning utfelles med en syre, for eksempel saltsyre. Det resulterende ligninbunnfall kan enten som en oppslemming eller etter frafiltrering av overskuddsvann tilsettes til en vandig oppløsning av en vannoppløselig A-trinns resol. Selv om både ligninet og resolen blandes sammen i form av vandige dispersjoner, vil forøvrig tørrstoffene i den utsprøytete oppslemming være tilbøyelige til å smelte sammen under innbyrdes oppløsning av ligninet og resolen, så at det oppnås en blanding på mineralfibrene, og denne blanding kan varmeherdes ved en harpiksdannende reaksjon mellom ligninet og resolen. Alt det foranstående omfattes av uttrykket «vandig flytende blanding» av ligninet og resolen, slik dette uttrykk anvendes heri og i kravene.

Selv om anvendelsen av fritt surt sulfatlignin fra grantre er meget effektivt, kan det med fordel anvendes andre ligninfraksjoner og modifiserte ligniner under den praktiske gjennomføring av denne oppfinnelse. Når det således ble anvendt fritt lignin som ble fremstilt ved utfelling av ligninet fra svartlut ved en pH mellom 8 og 9,5, ble det oppnådd en strekkstyrke på 39,5 kg/cm², bestemt ved den foranstående glassperleprøve, i forbindelse med en blanding som inneholdt 70 vektprosent av fritt lignin og 30 % trimetylolfenol. —

Når det gjelder alkalilignin utvunnet fra svartlut i form av natriumssalt istedenfor som fritt lignin, oppnås det likeledes høye verdier for strekkstyrken som følge av at ligninet blandet med en A-trinns resol. Under anvendelse av alkalilignin utvunnet slik at det inneholder omtrent 9,2 % aske, var således strekkstyrken, be-

stemt ved glassperleprøven, 34,5 kg/cm² når det gjaldt en blanding som inneholdt 70 vektspersent av ligninet og 30 % trimetylofenol. Imidlertid antas det at nærværet av alkalimetall i lignin har en uheldig innvirkning på mineralfibrene når lignin er tilstede i bindemidlet, på grunn av alkalimetallets angrep på mineralet i fibrene ved aldring. Det er særlig av denne grunn at anvendelsen av fritt lignin ansees som foretrukket under den praktiske gjennomføring av oppfinnelsen. Imidlertid har alkalimetallet dessuten en meget uheldig innvirkning på vannmotstanden. —

Særlig høye styrkeverdier er blitt oppnådd ved å anvende fritt lignin som er blitt modifisert ved reaksjon med formaldehyd. Under anvendelse av formaldehydmodifisert lignin ble det oppnådd en strekkstyrke på 37 kg/cm², bestemt ved glassperleprøven, når det gjaldt en blanding av 70 vektspersent modifisert lignin og 30 % trimetylofenol. Det formaldehydmodifiserte lignin ble fremstilt ved å tilsette fritt lignin, formaldehyd og natriumhydroksyd til vann i molforholdet 1 mol lignin, 1,5 mol formaldehyd, og 1 mol natriumhydroksyd så at det dannes en 20 % oppløsning. Oppløsningen ble oppvarmet til 88° C i 3 timer for gjennomføring av reaksjonen, og det ble deretter fortynnet og surgjort med svovelsyre til en pH på omtrent 2, idet det utfelte lignin-formaldehydprodukt ble utvunnet ved filtrering. Det modifiserte lignin ble oppløst under anvendelse av omtrent 10 mol ammoniakk pr. mol lignin, og den resulterende oppløsning ble blandet med trimetylofenol for å oppnå den 20 % bindemiddeloppløsning som påføres på glassperlene. —

I tillegg til det foranstående er det mulig å modifisere alkaliligninet på annen måte enn det som anvendes under den praktiske gjennomføring av denne oppfinnelse. Som angitt foran er nemlig metoksygruppeinnholdet i ligninet forholdsvis inert, og fordi dette er tilfelle, kan metoksyradikalinnholdet hos ligninet fjernes helt eller delvis fra ligninmolekylet idet man helt eller delvis erstatter disse med tilsvarende plaserte hydroksyler. Lignin kan også modifiseres med reaksjoner som danner enten en ester eller en eter, så lenge som en slik behandling ikke bruker opp alle de reaktive grupper hos ligninmolekylet. I den utstrekning som slike ureaktive radikaler tilføyes, senkes reaksjonsevnen for ligninet overfor resolen eller resolkomponentene, og selv om det kan anvendes således modifiserte ligniner, er anvendelsen av disse mindre ønskelig, bortsett fra at den resulterende modifikasjon av viskositetsegenskapene hos ligninet kan utnyttes for spesielle formål. —

Selv om bindemidlet under vanlig gjennomføring av denne oppfinnelse så å si utelukkende består av en blanding av A-trinnsresol og alkalilignin, gjør den praktiske gjennomføring av denne oppfinnelse det mulig å ha andre stoffer tilstede, såsom vanlige mykningsmidler. Opptil 35 % av tørrvekten for bindemiddelblandingen kan bestå av andre stoffer, men fortrinnsvis danner slike andre stoffer mindre enn 10 % av tørrvekten av bindemiddelblandingen. En blanding som besto av 35 vektspersent fritt lignin,

30 % trimetylofenol og 35 % furfurylalkohol ga en strekkstyrke på 23 kg/cm² når den ble underkastet forsøket med glassperlene. Når mengdeforholdene ble forandret til 65,4 % fritt lignin, 28,06 % trimetylofenol og 6,54 % furfurylalkohol, var strekkstyrken 36,5 kg/cm². I et annet forsøk med glassperler ble det anvendt en ammoniumsåpe av harpikssyrer, og det ble oppnådd en strekkstyrke på 41,5 kg/cm² ved en bindemiddelblanding som inneholdt 35 vektspersent fritt lignin, 30 % trimetylofenol og 35 % av ammoniumsåpen av harpikssyre. —

Selv om denne oppfinnelse normalt gjennomføres i samband med vanlige fenolaldehydresoler fremstilt ved reaksjon mellom fenol og formaldehyd i et vandig miljø i nærvær av en alkalisk katalysator, behøver ikke resolen nødvendigvis å være fremstillet ut fra fenol og formaldehyd. I tillegg til fenol kan således andre stoffer i klassen av fenoler anvendes, såsom kresoler, xylenoler, para-tertærbutylfenol, para-fenyl-fenol, difenoler og resorcinol, og når det henvises til anvendelsen av en fenol, omfatter denne henvisning slike forbindelser. I tillegg til formaldehyd kan det anvendes andre aldehyder såsom kloral og benzaldehyd. Rent generelt kan det anvendes enhver fenol eller ethvert aldehyd som kan reagere i nærvær av en alkalisk katalysator så at det dannes en A-trinns resol og som kan herdes ytterligere gjennom trinnene B og C, slik disse uttrykkelig vanligvis anvendes i teknikken. Som det er blitt forklart nærmere i det foranstående, er slike resoler kjennetegnet ved at en eller flere metylolgrupper er blitt substituert ved de reaktive stillinger i molekylet hos en fenol. —

Selv om denne oppfinnelsen er blitt beskrevet i samband med forskjellige eksempler og spesielle måter til å gjennomføre oppfinnelsen i praksis, må det forstås at dette er blitt gjort for å illustrere oppfinnelsen, og at den i praksis kan varieres innenfor rammen av de prinsipper som er anvendt under den praktiske gjennomføring, som forklart foran. —

Patentkrav:

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av en matte av mineralfibere, hvor mineralfibrene fremstilles ved opparbeidelse av smeltet mineral og et bindemiddel påføres på fibrene ved å sprøyte bindemidlet som er dispergert i en vandig væske inn i en oppvarmet atmosfære og deri får kontakt med fibrene for å oppnå en binding mellom fibrene der hvor fibrene kommer i kontakt med hverandre når de filtes sammen under dannelse av en matte, karakterisert ved at det som bindemiddel anvendes en vandig, flytende blanding av en A-trinns resol med fra 0,1 til 9 vektssdeler lignin pr. del resol. —

2. Fremgangsmåte i samsvar med krav 1, karakterisert ved at atmosfæren oppvarmes til en temperatur over 100° C og fortrinnsvis over 230° C.

3. Fremgangsmåte i samsvar med krav 1 eller 2, karakterisert ved at det anvendes glassfibre og en dampholdig atmosfære.

4. Fremgangsmåte i samsvar med et av kravene 1 til 3, karakterisert ved at fibre ne nedkjøles når de filtes sammen til dannelse av matten til en temperatur mellom omtrent 120° og 260° C, ved hvilken temperatur bindemiddelpartiklene herdes in situ.

5. Fremgangsmåte i samsvar med et av kravene 1 til 4, karakterisert ved at det anvendes en oppløsning med et tørrstoffinnhold fra 3 % til 50 %, og at tørrstoffinnholdet for bindemidlet som påføres på mineralfibre ne er fra 1 % til 15 % av fibre nes vekt.

6. Fremgangsmåte i samsvar med et av kravene 1 til 5, karakterisert ved at ligninet er alkalilignin.

7. Fremgangsmåte i samsvar med krav 6, karakterisert ved at alkaliligninet er i den frie syreform.

8. Fremgangsmåte i samsvar med krav 7, karakterisert ved at A-trinns resolen og alkaliligninet i fri syreform inneholdes i en vanlig, ammoniakalsk felles oppløsning som sprøytes inn i atmosfæren.

Anførte publikasjoner:

Sveitsisk patent nr. 289 696.