



SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT

85029

C (15) Patenttihakemus - Patent application
Patent ansökan 85 02 1089

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

C 08J 9/14 // C 08L 61:10

(21) Patenttihakemus - Patentansökning	870515
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	09.02.87
(24) Alkupäivä - Löpdag	10.06.85
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	09.02.87
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.11.91
(86) Kv. hakemus - Int. ansökan	US85/01089

(71) Hakija - Sökande

1. The Dow Chemical Company, 2030 Dow Center, Abbott Road, Midland, Mich., USA, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Rickle, Gregory Kent, 3653 Jane Drive, Midland, Mich., USA, (US)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä umpisoluisen fenoli-aldehydivaahdon, jolla on alhainen K-arvo, valmistamiseksi
Förfarande för framställning av ett fenol-aldehydskum med slutna celler och med lågt
K-värde

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

FI C 80896 (C 08J 9/14)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee yleisesti ottaen umpisoluisten fenolisten vaahtojen, joiden K-arvo on alle W/m·K, edullisesti 0,017 - 0,024 W/m·K (paksuusmetriä kohden), 24°C:ssa mitattuna, valmistusta. Vaahdot valmistetaan resoli-hartsista, josta on poistettu vettä, kunnes on saavutettu alle 7 p-%:n, edullisesti noin 3 - 6 p-%:n, vesitaso hartsin massasta laskettuna. Viskositeetin säätävä määrä liuotinta, kuten esimerkiksi fenolia, ja noin 10 - 20 p-% polyglykolia hartsin massasta laskettuna ovat myös osa vaahdon muodostavaa formulaa. Tavanomaisia pinta-aktiivisia aineita, huokoistusaineita ja happamia katalysaattoreita käytetään vaahtojen valmistukseen. Näin valmistetuilla vaahdoilla ei yleensä ole taipumusta hapettua itsestään, kun ne sijoitetaan uuniin, joka on kuumennettu 250°C:n lämpötilaan. Näin valmistetuilla vaahdoilla on myös parantunut resistenssi liekin läpitunkeutumista vastaan. Uppfinningen avser framställningen av fenolskum med huvudsakligen slutna celler och med en K-faktor som understiger 0,029 watt(m·K), företrädesvis 0,017 - 0,024 watt/(m·K) av skumtjockleken vid mätning i 24°C. Skummen framställs av ett resoli-harts, vilket urvattnats till en vattenhalt under 7 vikt-%, företrädesvis till ca. 3-6 vikt-%, baserat på hartsvikten. En viskositetsinställande mängd av ett lösningsmedel, såsom fenol, och 10-20 vikt-%, baserat på hartsvikten, av en polyglykol bildar även del av den skumbildande kompositionen. Sedvanliga ytaktiva medel, blåsmedel och sura katalysatorer använd för framställningen av skummen. De sålunda framställda skummen har vanligtvis ingen tendens till autooxidation då de placeras i en ugn, som uppvärmts till en temperatur av 250°C. De sålunda framställda skummen har även ökad motståndsförmåga mot flammgenomträngning.

Menetelmä umpisoluisen fenoli-aldehydivaahdon, jolla on alhainen K-arvo, valmistamiseksi

Tämä keksintö koskee resolihartseista valmistettavia fenolisia vaahtoja. Tarkemmin ilmaistuna tämä keksintö koskee umpisoluisia fenolisia vaahtoja, joita valmistetaan resolihartseista ja joiden K-arvo on alle 0,032 SI-yksikköinä (0,22 englantilaisina yksikköinä).

Fenoli-aldehydivaahdosta on valmistettu monia vuosia menetelmällä, joka käsittää happokatalysaattorin lisäyksen nestemäiseen fenoli-aldehydiresolihartsiin. Resolihartsin polymeroituminen alkaa erittäin nopeasti happokatalysaattorin lisäyksen jälkeen. Koska reaktio on hyvin eksoterminen, reaktion kehittämä lämpö nostaa nopeasti reaktioseoksen lämpötilaa. Reaktiolämpötilan jatkuva nousu kohottaa polymeroitumisenopeutta progressiivisesti. Niinpä reaktio menee loppuun hyvin nopeasti. Itse asiassa, kun reaktio on kerran käynnistetty, katsotaan yleensä olevan lähes mahdotonta kontrolloida sitä. Reaktioseoksen lämpötila kohoaa riittävästi, jotta se saa aikaan riittävän höyryn muodostumisen resolihartsissa alunperin mukana olleesta vedestä ja reaktion aikana muodostuneesta vedestä hartsin vaahtouttamiseksi. Reaktion myötä seuraava korkea reaktiolämpötila aiheuttaa alussa nestemäisen resolihartsin kovettumisen kiinteään sulamattomaan tilaan, ennen kuin vaahto painuu kokoon. Tällä tavalla valmistetulla fenoli-aldehydivaahdolla on tavallisesti avosolurakenne. Avosolurakenne ei tarjoa parhaita mahdollisia ominaisuuksia, mitä tulee lämmönjohtavuuteen ja kykyyn olla absorboimatta kosteutta. Lisäksi on havaittu, että avosoluisella fenoli-aldehydivaahdolla on taipumus syttyä, so. jatkaa punaisena hehkumista ja kyttemistä sen jälkeen, kun sitä on lämmitetty voimakkaasti ja lämmitys sitten poistettu. Yleensä avosoluisella vaahdolla on kuitenkin erinomainen tulenkestävyys ja se kehittää korkeissa lämpötiloissa vain vähän savua.

Edellä mainittujen vaikeuksien lisäksi on todettu, että useimmilla tunnetuilla solumateriaaleilla, jotka on valmistettu fenolisista polymeereista, on alunperin epätyydyttävä lämmönjohtavuus. Toisilla tunnetuilla solumateriaaleilla, jotka on valmistettu fenolisista polymeereista, ilmenee lämmönjohtavuuden epätoivottavaa lisääntymistä ajan myötä.

Niinpä tämän keksinnön tarkoituksena on tarjota menetelmä sellaisen umpisoluisen fenoli-aldehydivaahtomateriaalin valmistamiseksi, joka on suurin piirtein vapaa aikaisempien vaahtojen haittapuolista.

Tämän keksinnön toisena tarkoituksena on tarjota menetelmä sellaisen umpisoluisen fenoli-aldehydihartsivaahtomateriaalin valmistamiseksi, joka sisältää runsaasti umpisoluja sen vaikuttamatta haitallisesti materiaalin murenevuuteen, puristuslujuuteen ja hyviin syttymättömyysominaisuuksiin.

Keksinnön kohteena on menetelmä yleisesti ottaen umpisoluisen, alhaisen K-arvon omaavan vaahtomateriaalin valmistamiseksi, joka vaahtomateriaali saadaan tuloksena prosessista, jossa fenoli-aldehydiresolihartsiin, huokoistusaineeseen ja mahdollisesti pinta-aktiiviseen aineeseen sekoitetaan happokatalysaattoria, jolloin muodostuu seos, joka kaadetaan sitten muovausvälineeseen ja kovetetetaan.

Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista, että resolihartsista poistetaan vettä niin, että saavutetaan alle 7 paino-%:n vesipitoisuus, hartsin massasta lasketuna, sen jälkeen kun on lisätty viskositeettia muuntavaa aromaattista orgaanista liuotinta sellainen määrä, joka riittää ylläpitämään viskositeetin alle 100 Pa.s, ja resolihartsiin, josta on poistettu vettä, lisätään 10-20 paino-% hartsin massasta haarautumatonta dihydroksieetteripolyglykolia, jonka molekyylipaino on yli 300.

Keksinnön mukaisesti valmistetuissa koostumuksissa voidaan käyttää mitä tahansa lämmön vaikutuksesta kovettuvaa fenoli-aldehydihartsia, joka on veteen liukenemattomassa nestemäisessä tilassa. Sellaisia hartseja valmistetaan yleensä kondensoimalla yksi molekyyli-ekvivalentti yksiarvoista fenolia, jossa ainakin yksi bentseeniytimen 2-, 4- ja 6-asemista on substituoimaton, 1-2,5, edullisesti 1,4-1,5, molekyyli-ekvivalentin kanssa aldehydiä ja jatkamalla kondensaatioreaktiota tuotteen muuttuessa veteen liukenemattomaksi mutta pysyessä nestemäisenä. Menetelmät sellaisten nestemäisten fenoli-aldehydikondensaatiotuotteiden valmistamiseksi ovat alalla tunnettuja, eikä niitä ole tarpeen esittää yksityiskohtaisesti. Joka tapauksessa kondensaatioreaktio aloitetaan yleensä emäksisissä olosuhteissa, esimerkiksi käyttäen 1-2 p-% natriumhydroksidia, kaliumhydroksidia, natriumkarbonaattia tai muita emäksisiä katalysaattoreita, ja toteutetaan noin 40-70 celsiusasteen ($^{\circ}\text{C}$) lämpötilassa. Kondensaatioreaktion annetaan edetä siihen vaiheeseen saakka, jossa tuote on melko kevytjuoksuinen vesiliukoinen neste. Neste tehdään sitten happamaksi vahvan mineraalihapon, kuten suola- tai rikkihapon, vesiliuosta lisäämällä. Sen jälkeen reaktiota jatketaan noin 40-70 $^{\circ}\text{C}$:n lämpötilassa, kunnes seos muuttuu melko viskoosiksi ja on veteen liukenematon. Reaktio pysäytetään sitten edullisesti ennen jähmetymispisteen saavuttamista. On olennaista, että fenoli-aldehydikondensaatioreaktion annetaan edetä siihen vaiheeseen saakka, jossa reaktiotuote on suurin piirtein veteen liukenematon, joskin mainittu tuote saattaa sisältää itsessään liuenneena 20-35 % vettä. Sen jälkeen kun fenoli-aldehydikondensaatioreaktion on annettu edetä hapon ollessa mukana siihen vaiheeseen saakka, jossa tuote on veteen liukenematon neste, seos neutraloidaan ammoniakin, natriumhydroksidin, kaliumhydroksidin, natriumkarbonaatin tai kaliumkarbonaatin vesiliuoksella ja pestään hyvin vedellä. Kondensaatiotuote pidättää tavallisesti itseensä 20-35 p-% liuennutta vettä.

Useimmissa tapauksissa sellaisen fenoli-aldehydikondensaatiotuotteen viskositeetti on noin 0,3-0,4 pascalsekuntia (Pa·s eli englantilaisina yksikköinä non 300-400 cP) 25°C:ssa, mutta sen viskositeetti voi olla tätä alempi tai

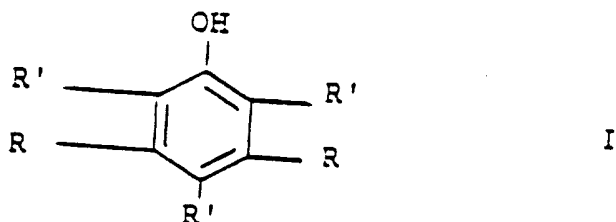
5 korkeampi.

Seisottaessa vesikerros erottuu hartsista, ja se dekantoidaan pois. Hartsikerros pestään yhtä suurella tilavuusmäärällä vettä. Pesun jälkeen vesi dekantoidaan, ja hartsista poistetaan alipaineessa lisää vettä, kunnes

10 saavutetaan haluttu vesipitoisuus ja/tai viskositeetti. Ennen alipaineessa suoritettavaa veden poistoa lisätään viskositeetin säätävä määrä jotakin liuotinta.

Tyypillisiä fenoleja, jotka ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön tarkoituksiin soveltuvien resolihartsien

15 valmistuksessa, ovat fenolit, jotka vastaavat kaavaa:



20

jossa ainakin kaksi R':n esittämistä ryhmistä on vetyatomeja ja R:n esittämät ryhmät sekä mahdollinen jäljelle jäävä R':n esittämä ryhmä ovat vetyatomeja tai ryhmiä,

25 jotka eivät ole esteenä fenolin kondensoitumiselle aldehydin kanssa. Esimerkkejä sopivista ryhmistä ovat sellaiset substituentit kuin halogeeniatomi ja hydroksyyli-, alkyyli- ja aryyli-ryhmä. Esimerkkejä sopivista fenoleista ovat fenoli, kresolit (erityisesti m-kresoli), ksylenolit (erityisesti

30 3,5-ksylenoli) ja dihydroksibentseenit (erityisesti resorsinoli).

Tyypillisiä aldehydejä, joita voidaan käyttää tämän keksinnön tarkoituksiin soveltuvien resolihartsien valmistuksessa, ovat formaldehydi (mukaan luettuina formaldehydin oligomeerit ja polymeerit, kuten trioksaani),

35

furfuraali, sokerit ja selluloosan hydrolyysituotteet. Sellaisia aldehydejä voidaan käyttää laimentamattomina tai sopiviin liuottimiin, joita ovat vesi-alkoholiseokset (esimerkiksi veden ja metanolin, n-propanolin, isobutanolin tai n-butanolin seos), liuotettuina.

Resolihartsin viskositeetin säätöön käytettävä liuotin valitaan sopivasti ryhmästä, jonka muodostavat fenoli, aniliini, resorsinoli, kresoli ja aminofenoli. Mielellään liuotin valitaan ryhmästä, jonka muodostavat fenoli ja aniliini. Liuotinta on edullisesti mukana riittävä määrä resolihartsin viskositeetin säätämiseksi niin, että alipaineessa suoritettava veden poiston jälkeen resolihartsin viskositeetti on alle 3,5 Pa·s (3500 cP).

Resolihartsista poistetaan vettä alipaineessa siinä määrin, että saavutetaan alle 7 paino-%:n vesitaso tai -pitoisuus hartsin massasta laskettuna. Mielellään resolihartsista poistetaan vettä, kunnes saavutetaan 3-6 p-%:n vesipitoisuus hartsin massasta laskettuna.

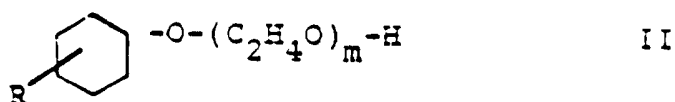
Liuotinmäärä, joka resolihartsiin lisätään viskositeetin säätämiseksi on edullisesti 8-20 p-% hartsin massasta. Arvellaan, että ainakin osa liuottimesta pystyy reagoimaan resolihartsin kanssa vaahtoutuksen aikana tapahtuvien silloittumisreaktioiden aikana.

Polyglykolit, joiden arvellaan toimivan lämmön vastaanottajina, tämän keksinnön tarkoituksiin valitaan sopivasti ryhmästä, jonka muodostavat haarautumattomat dihydroksieetteripolyglykolit, joiden mylekyylipaino on yli 300. Polyglykoli on edullisesti polyetyleeniglykoli tai polypropyleeniglykoli.

Katalysaattoreina käytettävät hapot ovat sellaisia vahvoja epäorgaanisia happoja kuin rikkihappo, suolahappo, fosforihappo ja typpihappo, so. vahvoja mineraalihappoja tai sellaisten happojen vesiliuoksia, esimerkkinä suolahapon väkevä vesiliuos, tai sellaisia vahvoja orgaanisia happoja kuin bentseenisulfonihappo, tolueenisulfonihappo, fenolisulfonihappo, ksyleenisulfonihappo, beeta-naftaleenisulfonihappo ja alfa-naftaleenisulfonihappo. Voidaan myös

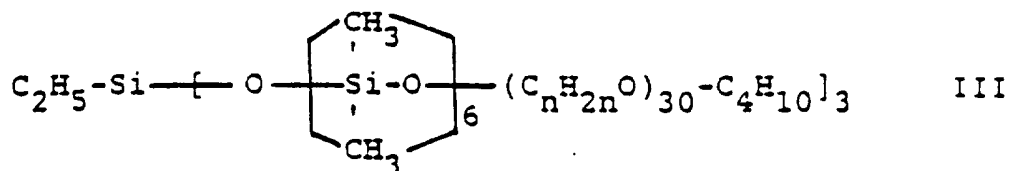
käyttää kahden tai useamman sellaisen hapon seoksia. Edullisesti katalysaattorina käytettävä happo on bentseeni-sulfonihappomonohydraatti.

Esigeeliytetyn vaahdon stabiloimiseksi käytetään use⁵ in pinta-aktiivista ainetta. Pinta-aktiivinen aine on edullisesti ioniton pinta-aktiivinen aine, kuten 2-4 hiiliatomia molekyylissään sisältävän alkyleenioksidin ja esimerkiksi alkyyli-¹⁰ fenolin, joka sisältää alkyyli-ryhmässään 8-12 hiiliatomia, rasvahapon, joka sisältää 12-20 hiiliatomia, tai alkyyli-¹⁵ siloksaanin välinen reaktio- tai kondensaatiotuote. Eräitä sopivia pinta-aktiivisia aineita ovat (a) alkyyli-²⁰ fenolien polyoksietyleenieetterit, joilla on yleiskaava;



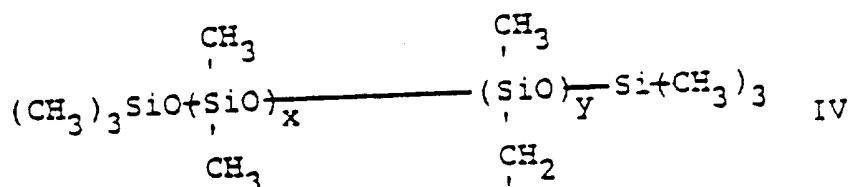
jossa R on 8-12 hiiliatomia sisältävä alkyyli-²⁵ ryhmä ja m on kokonaisluku noin 8:sta 20:een (b) etoksyloitu risiiniöljy ja etoksyloity hydrattu risiiniöljy, so. mainittujen risiiniöljyjen ja etyleenioksidin, jota käytetään 8-24 moolia moolia kohden mainittua risiiniöljyä, väliset kon-³⁰ densaatiotuotteet; (c) etyleenioksidin ja/tai propyleenioksidin kopolymeerit, jotka sisältävät 8-20 kappaletta kumpiakin mainittuja alkyleenioksidiryhmiä, sekä samankaltaiset alkyy-³⁵ lisiloksaani-polyoksialkyleenisegmenttikopolymeerit kuin on esitetty US-patenttijulkaisussa 2 834 748. Lisäksi myös fluoratut pinta-aktiiviset aineet, jotka sisältävät hydro-⁴⁰ fobisen alkyylifluorihiilivetyosan, ovat sopivia.

Pinta-aktiivinen aine on edullisesti alkyyli-⁴⁵ siloksaani-alkyleenioksidisegmenttipolymeeri, joka vastaa kaavaa:

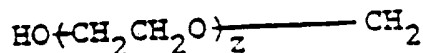


jossa $C_nH_{2n}O$ on oksietyleeni-oksipropyleenisekasegmentti, joka sisältää noin 17 oksietyleeniyksikköä ja noin 13 oksipropyleeniyksikköä; tai alkyylisiloksaaniaalkyleenioksidikopolymeeri, joka vastaa kaavaa

5



10



jossa x on kokonaisluku 15 tai 16, y on kokonaisluku 2 tai 3 ja z on kokonaisluku 10 tai 11; tai etoksyloitu risiiniöljy, so. risiiniöljyn ja etyleenioksidin, jota käytetään noin 23 moolia moolia kohden mainittua risiiniöljyä, välinen kondensaatiotuote.

Tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä ja menetelmän tuotteessa voidaan käyttää mitä tahansa sellaista huokoistusainetta, jota käytetään karakteristisesti samankaltaisissa alan aikaisemmissa tuotteissa. Nämä huokoistusaineet ovat yleensä nesteitä, joiden kiehumispiste ilmakehän paineessa on $-50-100^\circ\text{C}$, edullisesti $0-50^\circ\text{C}$. Edullisia nesteitä ovat hiilivedyt ja halogeenihiilivedyt. Esimerkkejä sopivista huokoistusaineista ovat muiden muassa klooratut ja fluoratut hiilivedyt, kuten trikloorifluorietaani, trikloorifluorimetaani, $\text{CCl}_2\text{FClCF}_2$, CCl_2FCF_3 , dietyylieetteri, isopropyylieetteri, n-pentaani, syklopentaani ja 2-metyyli-butaani. Edullisesti huokoistusaine on triklooritrifluorietaani.

30

On alalla tunnettua, että K-arvo vaihtelee ajan funktiona ja että fluorihiilivetykaasujen diffuusio peittämättömästä vaahdosta ja ilman sekoittuminen vaahtoon saavat aikaan K-arvon kohoamisen.

Hitaasti K-arvoaan muuttava vaahto määritellään vaahdoksi, joka saavuttaa K-arvon $0,022-0,024$ 24°C :ssa 200-400 vuorokauden kuluttua ja jonka K-arvo pysyy sitten $0,029$:n alapuolella 5-10 vuotta. Lopulta kaikki
5 fluorihiilivety diffundoituu vaahdosta jättäen jäljelle umpisoluisen materiaalin, joka sisältää soluissaan pelkästään ilmaa.

Pelkästään ilmaa sisältävän umpisoluisen vaahdon K-arvo jää vaahdon, jonka tiheys on alueella $32-48$ kg/m^3 ,
10 tapauksessa alueelle $0,032-0,037$ $\text{W/m}\cdot\text{K}$ 24°C :ssa. Tämä vastaa suunnilleen arvoa $0,22-0,26$ $\text{Btu/h}\cdot^{\circ}\text{F}\cdot\text{ft}^2$ paksuustuumaa kohden 24°C :ssa vaahdon, jonka tiheys on alueella $2-3$ lb/ft^3 , tapauksessa. Siis, jos vaahdon K-arvo on suurempi kuin noin $0,032$ $\text{W/m}\cdot\text{K}$ 24°C :ssa lyhyen ajanjakson (alle 25 vuorokauden)
15 jälkeen vaahdon, jonka tiheys on alueella $32-48$ kg/m^3 , ollessa kysymyksessä, suurin piirtein kaikki fluorihiilivety on diffundoitunut vaahdosta ja korvautunut ilmalla. Toisaalta, jos K-arvo pysyy $0,032$ $\text{W/m}\cdot\text{K}$:n alapuolella 24°C :ssa vähintään 100 vuorokautta vaahdon, jonka tiheys on
20 $32-48$ kg/m^3 , ollessa kysymyksessä, huomattava määrä fluorihiilivetykaasua säilyy vaahdon umpinaisissa soluissa ilman mukaan sekoittumisesta huolimatta.

Tämän keksinnön mukaisesti tuotettujen umpisoluisten vaahtojen K-arvo on edullisesti alle $0,029$ $\text{W/m}\cdot\text{K}$ 24°C :ssa
25 vaahdon, jonka tiheys on alueella $32-48$ kg/m^3 , tapauksessa. Mielellään tämän keksinnön mukaisesti tuotettujen vaahtojen K-arvo on $0,017-0,024$ $\text{W/m}\cdot\text{K}$ 24°C :ssa vaahdon, jonka tiheys on alueella $32-48$ kg/m^3 , tapauksessa.

On tunnettua, että tyypilliset resoliheartsit sisältävät noin 10-15 p-% vettä ennen vaahtoutusta hartsin massasta laskettuna. On myös tunnettua, että lisää vettä syntyy silloittumisreaktiossa. Sen veden, joka ei muutu reaktiolämmön vaikutuksesta höyryksi, arvellaan erottuvan pienipisaraiseksi faasiksi hapotuksessa ja kovetuksessa. On havaittu,
35 että kaikkialle rakenteeseen muodostuu reikiä näiden

pisaroiden haihtuessa. Lisäksi arvellaan, että reaktio-
lämmön vaikutuksesta kehittyvällä höyryllä on taipumusta
aiheuttaa suurten solujen muodostumista. Suuren solukoon
ja reikien muodostumisen yhdistelmän uskotaan johtavan
5 huokoiseen vaahtorakenteeseen, jonka muodostavat suureksi
osaksi avoimet ja toisiinsa yhteydessä olevat solut, jotka
mahdollistavat huokoistusaineen helpon diffundoitumisen
rakenteesta. Niinpä tämä keksintö keskittyy umpisoluisen
vaahdon valmistukseen.

10 Poistettaessa fenolisista resolihartseista yleensä-
kin ja tämän keksinnön mukaisista hartseista erityisesti
vettä, kunnes vesipitoisuus laskee alle 10 p-%:iin hartsin
massasta, hartsin viskositeetti kohoaa jyrkästi. Alennet-
taessa hartsin vesipitoisuutta edelleen alle 7 p-%:n
15 tasolle hartsin massasta laskettuna viskositeetin kohoaminen
tulee vieläkin jyrkemmäksi. Tyypillisten hartsien viskosi-
teetti ennen veden poistoa on suunnilleen 0,2-0,4 Pa·s:n
luokkaa. Ympäristön olosuhteissa hartsin, jonka vesipitoisuus
on alennettu alle 7 p-%:iin hartsin massasta, viskositeetti
20 on 100 Pa·s:n luokkaa tai suurempi. Hartsi, jonka viskosi-
teetti on noin 100 Pa·s:n luokkaa, aiheuttaa monenlaisia
käsittelyvaikeuksia. Sellaisen hartsin, jolla on sekä
alhainen viskositeetti (3 Pa·s:n luokkaa) että alhainen
vesipitoisuus (3-7 p-% hartsin massasta laskettuna), aikaan-
25 saamiseksi hartsiin lisätään ennen veden poistoa viskositee-
tin säätävä määrä liuotinta.

Hartsin viskositeetin kohoamisen lisäksi veden pois-
ton on havaittu aiheuttavan toisenkin huomattavan ongelman.
Kyseinen ongelma keskittyy vaahtossa silloittumisen aikana
30 ilmeneviin kohoaviin lämpötiloihin. Veden arvellaan toimivan
lämmön vastaanottajana vaahtoutuksen aikana, jolloin yleensä
kuivien resolihartsien vaahtoutuksessa yleisesti havaittava
räjähdysmäinen vaahtoutuminen estyy. Tämän keksinnön mukaan
lisätään polyglykolia. Polyglykolin arvellaan toimivan
35 lämmön vastaanottajana sikäli, että se estää liiallisen
lämmönkehityksen silloittumisreaktion aikana.

Tyypillinen resolytyyppinen fenolinen hartsi sisältää noin 10-15 p-% vettä hartsin massasta laskettuna. Tämän keksinnön mukaan hartsiin lisätään ennen alipaineessa vesipitoisuuden alentamiseksi 3-7 p-%:n tasolle hartsin massasta laskettuna toteutettavaa vedenpoistomenettelyä viskositeetin säätävä määrä liuotinta. Tämän keksinnön tarkoituksiin soveltuvia liuottimia on esitetty edellä. Viskositeetin säätävä määrä liuotinta on edullisesti 10-20 p-% hartsin massasta lisättäessä liuotin hartsiin ennen veden poistoa. Tyypillinen resolytyyppinen fenolinen hartsi sisältää myös noin 3-10 p-% vapaata fenolia (annettaessa vapaan fenolin reagoida hartsin muodostamiseksi). Niinpä käytettäessä vapaata fenolia myös liuottimena mukana oleva vapaan fenolin kokonaismäärä on noin 13-30 p-% hartsin massasta. Alan asiantuntijat tietävät, että poistettaessa hartsista vettä myös tietty määrä liuotinta poistuu hartsiliuotinseoksesta. Sellaiset henkilöt tietävät myös yleensä pätevän, että kun täytyy poistaa suurempia määriä vettä, seurauksena on suurempien liuotinmäärienkin poistuminen. Sen jälkeen kun veden poisto on lopetettu, tämän keksinnön mukaisten fenolisten hartsien sisältämä fenolin, kuten vapaan fenolin, ja edellä esitetyn kaltaisen liuottimen yhteismäärä on noin 10-20 p-% hartsin massasta.

Liuottimenlisäys- ja vedenpoistovaiheen päätyttyä fenolisiin hartseihin, joista on poistettu vettä, sekoitetaan polyglykoli, pinta-aktiivinen aine ja huokoistusaine reaktioseoksen muodostamiseksi. Vaahtoutuminen alkaa sen jälkeen, kun reaktioseokseen on lisätty happokatalyysaattori. Ajat, lämpötilat ja muut reaktio-olosuhteet ovat alalla tunnettuja, ja ne ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön käytännön sovellutuksissa. Pelkästään valaisemis- eikä rajoitustarkoituksessa viitattakoon teoksiin Robert W. Lenz, Organic Chemistry of Synthetic High Polymers, luku 4 "Carbonyl Addition-Substitution Reactions", s. 113-138 ja 140-142, jonka teoksen on julkaissut Interscience Publishers,

Inc., New York, vuonna 1968; ja Polymer Processes, toimittajana Calvin E. Schildknecht, luku 8 "Condensations with Formaldehyde", jonka on kirjoittanut T. J. Suen, jonka teoksen on julkaissut Interscience Publishers, Inc., New York.

Solujen keskimääräinen läpimitta on edullisesti noin 0,1-5 mm normin American Society for Testing Materials (jäljempänä ASTM) D-2842 mukaisesti mitattuna. Tämän keksinnön mukaisesti voidaan valmistaa hienosoluisia vaahtoja, joilla on sellainen solurakenne, jossa yleisesti ottaen kaikki solut ovat umpinaisia soluja. Huokoistusaine on jäänyt suljetuksi soluihin. Yksi tapa solujen huokoistusainesäällön ilmoittamiseksi on käyttää K-arvonmuutosarvoa. Fluorihiiilivetykaasua sisältävän peittämättömän solumateriaalin K-arvot ovat aluksi 0,014-0,029 W/m·K:n tienoilla 24°C:ssa. Tämä pieni K-arvo kasvaa kuukausien ja joskus päivien pituisen ajanjakson aikana. Muutos ilmoitetaan K-arvon muutoksena. K-arvo mitataan 24°C:n keskimääräisessä lämpötilassa. Arvo määritetään uudelleen erilaisin aikaväleisin 1000 vuorokauteen saakka. Materiaali, jolla K-arvo muuttuu nopeasti, saavuttaa vähintään 0,029 W/m·K:n K-arvon 25 vuorokauden kuluessa. Hitaasti K-arvoaan muuttava materiaali saattaa tarvita 200 vuorokaudesta yli kahteen vuoteen K-arvon 0,029 W/m·K saavuttamiseen. Materiaali, jolla on pienempi K-arvo kuin 0,029 W/m·K, tarjoaa suuren lämmönkestävyyden. On selvää, että mitä pitempään tämä arvo tai pienempi arvo säilytetään, sitä parempi on eristysteho.

Vaahtojen puhkipalamisajat määritetään edullisesti tässä selityksessä testausmenetelmät-osassa yksityiskohtaisesti kuvattua puhkipalamistestiä käyttäen. Tämän keksinnön mukaisesti fenoli-formaldehydivaahtojen puhkipalamisajan on tarkoituksenmukaista olla yli 10 minuuttia, edullisesti yli 20 minuuttia ja mielellään yli 30 minuuttia. Testattaessa vaahtonäytteitä kyseisen puhkipalamistestin mukaisesti on havaittu, että vaahtonäytteet, joiden puhkipalamisajat

ovat hyviä (30 minuuttia ja enemmän), sisältävät johdonmukaisesti siinä kohdassa, jossa liekki koskettaa näytettä, kohonneen ja hiiltyneen osan. Sitä vastoin vaahtonäytteistä, joiden puhkipalamisajat ovat huonoja (10 minuuttia tai

5 vähemmän), kohonneen ja hiiltyneen osan on havaittu puuttuvan. Sen lisäksi näytteet, joiden puhkipalamisajat ovat heikkoja, näyttävät murtuvan ja vetäytyvän pois päin tulenlähteestä mahdollistaen siten liekin läpitunkeutumisen.

On todettu, että vaihtelemalla polyglykolin ja

10 kokonaisfenolin määrää vaahtoutettavassa seoksessa suhteessa fenoli-aldehydihartsin massa pöystytään vaikuttamaan siitä valmistetun vaahtoon puhkipalamisaikaan. On huomattava, että ilmaisu "kokonaisfenoli" tarkoittaa fenolin ja liuotteen yhteismäärää vaahtoutettavassa seoksessa sen jälkeen,

15 kun fenoli-aldehydihartsista on poistettu vettä. 15 p-%:n tasoa suurempi polyglykolimäärä yhdistettynä 14 p-%:n tasoa suurempaan kokonaisfenolimäärään, molemmat fenolialdehydihartsin massasta laskettuna, tuottaa tämän keksinnön mukaisia vaahtoja, joiden puhkipalamisajat ovat tyydyttäviä.

20 20 p-%:n polyglykolitasolla 13,9 p-%:n kokonaisfenolitasoon on todettu tuottavan sekalaisia tuloksia. Toisin sanoen vaahtoutettava seos, jossa käytetään sellaisia tasojä, saattaa antaa tulokseksi joko tyydyttäviä puhkipalamisaikoja tai epätyydyttäviä puhkipalamisaikoja (alle

25 10 minuutin aikoja).

Vaahtonäytteiden autoksidaatiotaipumukset määritetään edullisesti tässä selityksessä testausmenetelmät-osassa yksityiskohtaisesti kuvattua autoksidaatiotestijä käyttäen. Tämän keksinnön mukaisesti valmistetuilla fenoli-aldehydivaahdoilla ei yleensä ole taipumusta siihen, että niillä esiintyisi autoksidaatiotestissä eksotermi 250°C:n yläpuolella. Vaahdoilla, jotka on valmistettu yleisesti ottaen tämän keksinnön mukaisesti mutta jotka sisältävät alle

30 10 p-% jotakin edellä esitettyä polyglykolia fenoli-aldehydihartsin massasta laskettuna, on taipumusta hapettua

35

itsestään eli taipumusta nopeasti yli 250°C:n kohoavan
eksotermin esiintymiseen autoksidaatiotestissä. Vaahdoilla,
jotka on valmistettu tämän keksinnön mukaisesti kiinteätä
20 p-%:n (hartsin massasta laskettuna) polyglykolitasoa
5 käyttäen mutta kokonaisfenolitasoa vaihdellen, ei ole
taipumusta hapettua itsestään autoksidaatiotestissä. Tämän
keksinnön mukaisesti valmistettujen fenoli-aldehydivaahtojen
autoksidaation estämiseksi vaahtoutettavaan reaktioseokseen
on siis välttämätöntä sisällyttää vähintään 10 p-%:n tasoa
10 oleva määrä polyglykolia hartsin massasta laskettuna.

Seuraavat kokeet, joissa kaikki osuudet ja prosentti-
luvut ovat paino-osia ja -prosentteja, ellei toisin ole il-
moitettu, valaisevat tätä keksintöä lähemmin. Kokeet ovat
ainoastaan illustratiivisia, eikä niitä tule käsittää rajoit-
15 taviksi.

Jäljempänä valmistettujen vaahtojen viskositeetit
määritettiin Brookfield-viskometriä käyttäen. Ennen visko-
siteetin mittausta hartsinäytteet tasapainotettiin
24°C:isessä vesihauteessa. Vesipitoisuus määritettiin
20 Carl Fischer -menetelmällä, joka on alan ammatti-ihimisille
tuttu. Vapaa fenoli määritettiin kaasukromatografisesti
käyttäen S & M Scientific Model 5750 -kaasukromatografia,
jota myy Hewlett Packard Co. K-arvot saatiin K-Matic
-lämmönjohtavuudenmittauslaitetta, jota myy Dynatech Corp.,
25 käyttäen. Vaahtojen murenevuus määritettiin normin ASTM
C-421 mukaisesti. Vaahtojen solukoko määritettiin normin
ASTM D-2842 mukaisesti.

Vaahdot valmistettiin muotissa erilaisia formuloita,
jotka on esitetty jäljempänä, käyttäen. Nämä formulat sekoit-
30 tettiin, kaadettiin muottiin ja sijoitettiin uuniin, jonka
lämpötila oli säädetty 75°C:ksi, 45-60 minuutin ajaksi.
Sen jälkeen näyte poistettiin muotista ja sijoitettiin
kovetusuuniin, jonka lämpötila oli säädetty 75°C:ksi, ja
jätettiin uuniin kyseiseen lämpötilaan noin 10 tunnin ajaksi.

Puhkipalamistestissä vaahtonäyte, jonka koko on 2,5 cm x 15,2 cm x 7,6 cm (1'' x 6'' x 3''), laitetaan pitimeen. 2,5 cm:n (1'') päähän näytteen yläpuolelle kohtisuoraan näytettä vastaan tuodaan propaanipoltinliekki, jonka lämpötila on 1157°C. Sitten mitataan aika, joka kuluu siihen, kun liekki tulee näkyviin liekkiin nähden vastakkaiselta puolelta vaahtoa, vaahton pohjapuolelta. Liekin läpitunkeutuminen havaitaan käyttämällä siinä levyssä, jolla vaahto lepää, aukkoa. Testi lopetetaan 30 minuutin kuluttua, ellei näyte pala puhki.

Autoksidaatiotesti suoritetaan uunissa, jonka lämpötila on säädetty 250°C:ksi. Vaahtonäytteeseen, jonka koko on 7,6 cm x 7,6 cm x 7,6 (3'' x 3'' x 3''), sijoitetaan termopari. Vaahton sisälämpötila ajan funktiona rekisteröidään. Itsestään hapettuvat näytteet tuottivat eksotermiä, joka kohosi nopeasti 250°C:n yläpuolelle. Autoksidaatiotesti lopetettiin eksotermiä saavutettua 400°C epämiellettävien höyryjen kehittymisen välttämiseksi. Koska vaahtot valmistettiin, kuten edellä mainittu, kooltaan 45,7 cm x 76,2 cm x 5,1 cm (18'' x 30'' x 2'') olevassa muotissa, testinäytteet autoksidaatiotestiä varten valmistettiin liimaamalla yhteen näytteitä, joiden koko oli 7,6 cm x 7,6 cm x 2,5 cm (3'' x 3'' x 1'').

Resolityyppisen fenolisen hartsin valmistus tämän keksinnön mukaisten vaahtojen valmistuksessa käyttöä varten

Kahden litran pulloon, joka oli varustettu jäähdytäjällä ja mekaanisella sekoittajalla, lisättiin 370 g fenolia ja 440 g formaldehydin (37 %:ista) vesiliuosta ensimmäisen seoksen muodostamiseksi. Kyseisen ensimmäisen seoksen pH säädettiin suunnilleen 9,0:ksi noin 6 ml:lla natriumhydroksidin (50 %:ista) vesiliuosta toisen seoksen muodostamiseksi. Kyseinen toinen seos kuumennettiin 60°C:een sekoittaen sitä samalla ja pidettiin kyseisessä lämpötilassa 4 tuntia. Sen jälkeen toinen seos jäähdytettiin huoneen lämpötilaan, ja sen pH alennettiin suunnilleen arvoon 1,7

noin 9 ml:lla rikkihapon (40 %:ista) vesiliuosta kolmannen seoksen muodostamiseksi. Kolmas seos kuumennettiin sitten 60°C:een sekoittaen sitä samalla ja pidettiin kyseisessä lämpötilassa 2 tuntia lisää. Kolmannen seoksen pH nostettiin
5 sitten arvoon 5,5 noin 4 ml:lla natriumhydroksidin (5 %:ista) vesiliuosta sen jälkeen, kun kyseinen kolmas seos oli jäähdytetty huoneen lämpötilaan. Seisotettaessa vesikerros erottui hartsifaasista. Vesikerros dekantoitiin eroon hartsifaasista. Hartsifaasi pestiin sitten yhtä suurella
10 tilavuusmäärällä vettä. Pesuveden dekantoinnin jälkeen hartsifaasista poistettiin alipaineessa lisää vettä, kunnes saavutettiin noin 8-15 p-%:n vesipitoisuus hartsin ja veden yhteismassasta laskettuna ja noin 3 Pa·s:n viskositeetti.

Koe 1 - Keksinnön mukaisesti valmistettu vaahto,
15 jolla on alhainen K-arvo

13,5 kg:aan (30 lb) fenolista resolihartsia, joka oli valmistettu edellä yksityiskohtaisesti kuvatulla tavalla, lisättiin 2,2 kg (5 lb) fenolia seoksen muodostamiseksi. Seoksesta poistettiin sitten lisää vettä, kunnes
20 saavutettiin 7,5 Pa·s:n viskositeetti, 4,0 %:n vesipitoisuus seoksen massasta laskettuna ja 13,5 %:n vapaafenolipitoisuus seoksen massasta laskettuna. Vaahtoutettavissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla keskenään 633 g kyseistä seosta, josta oli poistettu vettä, 14,6 g alkyylisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota myy kauppanimellä DC-193 The Dow Corning Corporation, Midland, MI, 126 g polyetyleeniglykolia, jota myy kauppanimellä E-100 The Dow Chemical Company, 90 g trikloorifluorimetaania, huokoistusainetta, jota myydään kauppanimellä Freon 11, ja 47 g
25 bentseenisulfonihappomonohydraattia (90 %:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos sekoitettiin hyvin, kaadettiin muottiin, jonka koko oli 45,7 cm x 76,2 cm x 5,1 cm, ja vaahtoutettiin edellä yksityiskohtaisesti selostetulla tavalla vaahtonäytteen aikaansaamiseksi. Kovetusuunista poiston jälkeen näytteen
30 fysikaaliset ominaisuudet testattiin jäljempänä
35

yksityiskohtaisesti kuvattujen testausmenetelmien mukaisesti. Näytteen fysikaaliset ominaisuudet olivat:

- (a) murenevuus - 82 %, (b) vaahdon tiheys - $46,4 \text{ kg/m}^3$;
(c) vaahdon solukoko - 0,32 mm; ja (d) vaahdon K-arvo
5 - 0,016 W/m·K.

Koe 2 - keksinnön mukaisesti valmistettu vaahto, jolla on alhainen K-arvo

- 18,1 kg:aan samaa fenolista resolihartsia, jota
käytettiin kokeessa 1, lisättiin 2,7 g fenolia seoksen
10 muodostamiseksi. Seoksesta poistettiin sitten vettä kuten
kokeessa 1, kunnes saavutettiin 3,4 Pa·s:n viskositeetti,
6,5 %:n vesipitoisuus seoksen massasta laskettuna ja 18,8 %:n
vapaafenolipitoisuus seoksen massasta laskettuna. Vaahtou-
tettavissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla keskenään
15 633 g kyseistä seosta, josta oli poistettu vettä, 14,6 g
samaa alkyyilisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota
käytettiin kokeessa 1, 126 g polypropyleeniglykolia, jota
myy kauppanimellä P-400 The Dow Chemical Company, 120 g
1,1,2-trikloori-2,2,1-trifluorietaania, huokoistusainetta,
20 jota myydään kauppanimellä Freon 113, ja 47 g bentseeni-
sulfonihappomonohydraattia (90 %:ista vesiliuosta). Vaaht-
toutettava seos sekoitettiin sitten hyvin, kaadettiin
muottiin, jonka koko oli 45,7 cm x 76,2 cm x 5,1 cm, ja
vaahtoutettiin kuten kokeessa 1 vaahtonäytteen aikaansaa-
25 miseksi. Näytteen fysikaaliset ominaisuudet olivat:
(a) murenevuus - 68 %; (b) vaahdon tiheys - $46,4 \text{ kg/m}^3$;
(c) vaahdon solukoko - 0,58 mm; ja (d) vaahdon K-arvo
- 0,017 W/m·K.

- Koe 3 - Keksinnön mukaisesti valmistettu vaahto,
30 jolla on alhainen K-arvo

- 800 g:aan samaa fenolista resolihartsia, jota käytet-
tiin kokeessa 1, lisättiin 160 g aniliinia seoksen muodosta-
miseksi. Seoksesta poistettiin sitten vettä kuten kokeessa 1,
kunnes saavutettiin 4,42 Pa·s:n viskositeetti. Vaahtoutetta-
35 vissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla keskenään

150 g kyseistä seosta, josta oli poistettu vettä, 2,25 g samaa alkyylisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota käytettiin kokeessa 1, 15 g samaa polyetyleeniglykolia, jota käytettiin kokeessa 1, 15 g samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 2 ja 63 g bentseenisulfonihappomono-
5 hydraattia (90%:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos sekoitettiin sitten hyvin, kaadettiin muottiin, jonka koko oli 22,9 cm x 22,9 cm x 5,1 cm, ja vaahtoutettiin kuten kokeessa 1 vaahtonäytteen aikaansaamiseksi. Kovetusuunista
10 poiston jälkeen vaahtonäyte testattiin K-arvon määrittämiseksi. Näytteen K-arvo oli 0,025 W/m·K alussa mitattuna. 5 viikon kuluttua K-arvo oli 0,021 W/m·K.

Koe 4 - Keksinnön mukaisesti mutta eri pinta-aktiivista ainetta käyttäen valmistettu vaahto

24,7 kg:aan samaa fenolista resoliartsia, jota
15 käytettiin kokeessa 1, lisättiin 3,6 kg fenolia seoksen muodostamiseksi. Seoksesta poistettiin sitten vettä kuten kokeessa 1, kunnes saavutettiin 5,53 Pa·s:n viskositeetti, 5,6 %:n vesipitoisuus seoksen massasta laskettuna ja 19,6 %:n vapaafenolipitoisuus seoksen massasta laskettuna. Vaahtoutettavissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla keskenään
20 225 g kyseistä seosta, josta oli poistettu vettä, 6,8 g etoksyloitua risiiniöljyä, jota myy kauppanimellä G-1292 Atlas Chemical, 43 g samaa polyetyleeniglykolia, jota käytettiin kokeessa 1, 43 g samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 2, ja 15 g bentseenisulfonihappomonohydraattia (90 %:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos sekoitettiin sitten kuten kokeessa 1, kaadettiin muottiin, jonka koko oli 30,4 cm x 30,4 cm x 5,1 cm, ja vaahtoutettiin kuten kokeessa 1 vaahtonäytteen aikaansaamiseksi. Näytteen mitatut
25 fysikaaliset ominaisuudet olivat: (a) vaahton tiheys - 48,0 kg/m³; ja (b) K-arvo - 0,018 W/m·K. Murenevuutta ja vaahton solukokoa ei mitattu.

Koe 5 - Liuotinta lisäämättä ja polyglykolia veden poiston jälkeen lisäämättä valmistettu vaahto, joka ei ole
35 keksinnön mukainen

Samasta fenolisesta resolihartsista, jota käytettiin kokeessa 1, poistettiin alipaineessa vettä, kunnes saavutettiin 100 Pa·s:n viskositeetti ja 3,5 %:n vesipitoisuus hartsin ja veden yhteismassasta laskettuna. 450 g:aan hart-
5 sia, josta oli poistettu vettä. lisättiin samalla sekoittaen 6,75 g samaa alkyylisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota käytettiin kokeessa 1, 45 g samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 1, ja 31,5 g happokatalysaattori-
seosta, joka koostui yhtä suurista paino-osuuksista 6 N suo-
10 lahappoa ja etyleeniglykolia, seoksen muodostamiseksi. Seos kaadettiin sitten muottiin, jonka koko oli 10,2 cm x 30,5 cm x 30,5 cm, ja vaahtoutettiin kuten kokeessa 1 vaahtonäytteen aikaansaamiseksi. Näytteen K-arvo oli noin 0,035 W/m·K.

15 Koe 6 - Vaahdon, joka ei ole keksinnön mukainen ja joka on valmistettu vaahtoutettavissa olevasta seoksesta, jonka fenolipitoisuus on alhainen, liekinläpäisy- ja autoksidaatiotesti

Ensimmäinen seos muodostettiin lisäämällä 800 g:aan
20 fenolista resolihartsia, josta oli aikaisemmin poistettu vettä, kunnes saavutettiin 2,01 Pa·s:n viskositeetti ja noin 12 %:n vesipitoisuus hartsin massasta laskettuna, 40 g fenolia. Seoksen fenolipitoisuus oli 8,2 % seoksen massasta. Vaahtoutettavissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla
25 keskenään 150 g kyseistä ensimmäistä seosta, 2,25 g samaa alkyylisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota käytettiin kokeessa 1, 30 g samaa polyetyleeniglykolia, jota käytettiin kokeessa 1, 15 g samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 2, ja 2 g bentseenisulfonihappomonohydraat-
30 tia (90 %:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos sekoitettiin sitten kuten kokeessa 1, kaadettiin muottiin, jonka koko oli 30,5 cm x 30,5 cm x 5,1 cm, ja vaahtoutettiin kuten kokeessa 1 vaahtonäytteen aikaansaamiseksi. Näytteen fysikaaliset ominaisuudet olivat: (a) vaahdon tiheys - $57,6 \text{ kg/m}^3$; ja
35 (b) K-arvo - 0,039 W/m·K. Näytteen puhkipalamisaika oli 1,5 minuuttia.

Koe 7 - Tämän keksinnön mukaisesti valmistetun
vaahdon liekinläpäisytesti

13,6 kg:aan samaa fenolista resolihartsia, jota käytettiin kokeessa 1, lisättiin 2,0 kg fenolia seoksen muodostamiseksi. Seoksesta poistettiin sitten vettä kuten kokeessa 1, kunnes saavutettiin 7,5 Pa·s:n viskositeetti, 6,25 %:n vesipitoisuus seoksen massasta laskettuna ja 13,9 %:n fenolipitoisuus seoksen massasta laskettuna. Vaah-
toutettavissa oleva seos valmistettiin sekoittamalla keske-
nään 633 g hartsia, josta oli poistettu vettä, 14,5 g samaa alkyylisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota käytettiin kokeessa 1, 126 g samaa polyetyleeniglykolia, jota käytettiin kokeessa 1, 120 g samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 2, ja 47 g bentseenisulfonihappomonohydraattia (90 %:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos valmistettiin sitten vaahtonäytteeksi samalla tavalla kuin on esitetty kokeessa 1. Vaahtonäyte testattiin sitten sen fysikaalisten ominaisuuksien määrittämiseksi edellä yksityiskohtaisesti kuvatulla tavalla. Näytteen fysikaaliset ominaisuudet olivat: (a) murenevuus - 71 %; (b) vaahdon tiheys - $43,2 \text{ kg/m}^3$; (c) vaahdon solukoko - 0,41 mm; ja (d) vaahdon K-arvo - 0,019 W/m·K. Näytteen puhkipalamisaika oli yli 30 minuuttia. Lisäksi näyte läpäisi autoksidaatiotestin, ilman että sillä esiintyi eksotermiä uunissa, joka oli kuumennettu 250°C :n lämpötilaan.

Koe 8 - Vaahdon, joka ei ole keksinnön mukainen ja joka sisältää 5 % polyglykolia, liekinläpäisy- ja autoksidaatiotesti

18,1 kg:aan samaa fenolista resolihartsia, jota käytettiin kokeessa 1, lisättiin 2,7 kg fenolia seoksen muodostamiseksi, josta seoksesta sitten poistettiin vettä kuten kokeessa 1, kunnes saavutettiin 3,45 Pa·s:n viskositeetti, 6,5 %:n vesipitoisuus seoksen massasta laskettuna ja 18,8 %:n fenolipitoisuus seoksen massasta laskettuna. Sitten sekoitettiin vaahtoutettavissa oleva seos, joka

koostui 633 g:sta hartsia, josta oli poistettu vettä, 14,6 g:sta samaa alkyyilisiloksaani -pinta-aktiivista ainetta, jota käytettiin kokeessa 1, 31,5 g:sta samaa polyetyleeniglykolia, jota käytettiin kokeessa 1, 120 g:sta samaa huokoistusainetta, jota käytettiin kokeessa 2, ja 47 g:sta bentseenisulfonihappomonohydraattia (90 %:ista vesiliuosta). Vaahtoutettava seos valmistettiin sitten vaahtonäytteeksi kuten kokeessa 1. Vaahtonäyte testattiin sitten sen fysikaalisten ominaisuuksien määrittämiseksi edellä yksityiskohtaisesti kuvatulla tavalla seuraavin tuloksin: (a) vaahton tiheys - $44,8 \text{ kg/m}^3$; (b) vaahton solukoko - 0,81 mm; ja (c) vaahton K-arvo - $0,038 \text{ W/m}\cdot\text{K}$. Näytteen puhkipalamisaika oli 1 minuutti. Autoksidaatiotestissä näytteellä esiintyi 250°C :isessa uunissa eksotermi 312°C :een.

15 Koe 9 - Keksinnön mukaisen vaahton, joka on valmistettu käyttäen 10 % polyglykolia, liekinläpäisy- ja autoksidaatiotesti

Vaahtonäyte valmistettiin samoja aineosia ja menettelytapoja käyttäen kuin kokeessa 8 sillä poikkeuksella, että polyetyleeniglykolin määrä kaksinkertaistettiin. Näin valmistetun vaahtonäytteen fysikaaliset ominaisuudet olivat: (a) vaahton tiheys - $33,6 \text{ kg/m}^3$; (b) vaahton solukoko - 0,67 mm; ja vaahton K-arvo - $0,021 \text{ W/m}$. Näytteen puhkipalamisaika oli 21 minuuttia. Autoksidaatiotestissä näytteellä ei esiintynyt eksotermiä 250°C :isessa uunissa.

25 Koe 10 - Keksinnön mukaisen vaahton, joka on valmistettu käyttäen 20 % polyglykolia, liekinläpäisy- ja autoksidaatiotesti

Vaahtonäyte valmistettiin samoja aineosia ja menettelytapoja käyttäen kuin kokeessa 8 sillä poikkeuksella, että polyetyleeniglykolin määrän nelinkertaistettiin. Näin valmistetun vaahton fysikaaliset ominaisuudet olivat: (a) murenevuus - 54 %; (b) vaahton tiheys - $44,8 \text{ kg/m}^3$; (c) vaahton solukoko - 0,67 mm; ja (d) vaahton K-arvo - $0,017 \text{ W/m}\cdot\text{K}$. Näytteen puhkipalamisaika oli yli 30 minuuttia. Autoksidaatiotestissä näytteellä ei esiintynyt eksotermiä 250°C :isessa uunissa.

Kokeet 11 - 14 - Puhkipalamistutkimus

- 5 Vaahdot, jotka oli valmistettu samalla tavalla kuin kokeissa 7-10 mutta fenolin ja polyglykolin tasoa vaihdellen, testattiin niiden puhkipalamisaikojen määrittämiseksi. Sellaisten tutkimusten tulokset yhdessä edeltävien kokeiden 6-10 mukaisille vaahtonäytteille saatujen puhkipalamisaikojen kanssa on esitetty seuraavassa taulukossa:

	Kokeen Nro	% fenolia*	% polyglykolia*	Puhkipalamisaika (min)
10	6**	8,2	20	1,5
	7	13,9	20	30+
	8**	18,8	5	1,0
	9	18,8	10	21
	10	18,8	20	30+
15	11**	4,2	20	1,25
	12**	13,9	20	1,5
	13	21,4	20	30+
	14	23,4	20	30+

* Hartsin massasta

- 20 ** Vertailukoe, ei esimerkki keksinnöstä

- Edellä olevassa taulukossa esitettyjen tulosten tutkiminen paljastaa, että 20 % polyglykolitasolla hartsin massasta laskettuna 13,9 %:n kokonaisfenolipitoisuus niinikään hartsin massasta laskettuna edustaa kynnystasoa. Kokonaisfenolipitoisuudella tarkoitetaan veden poiston jälkeen jäljelle jäävää liuottimen ja fenolin yhteismäärää. Tulokset osoittavat lisäksi, että vaahtoja, joiden puhkipalamisaika on yli 10 minuuttia, syntyy noin 10 %:n polyglykolitasolla kokonaisfenolipitoisuuden ollessa 18,8 %. Alan ammatti-
- 25 ihmiset tietävät, että polyglykolin ja fenolin optimimäärät voivat vaihdella vaahton valmistuksessa käytettävän fenolin tai polyglykolin mukaan, mutta kyseiset määrät ovat helposti selvitettävissä.
- 30

Edeltävien kokeiden 1-14 tutkiminen paljastaa seikka-
peräisesti tämän keksinnön edut. Vaahtoja, joilla on yleis-
sesti ottaen umpisoluinen rakenne ja K-arvo, joka pienempi
kuin $0,029 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, edullisesti $0,017 - 0,024 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, on

- 5 helppo valmistaa. Lisäksi yhdistämällä liuotin ja polygly-
koli syntyy vaahtoja, joilla edellä mainitun K-arvon ja
solurakenteen lisäksi on huomattava kyky vastustaa liekin
läpitunkeutumista autoksidaatiota.

- 10 Samankaltaisia tuloksia kuin edellä saadaan muilla
liuottimilla, polyglykoleilla, pinta-aktiivisilla aineilla
ja katalysaattoreilla, joita on esitetty yksityiskohtaisesti
edellä.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä yleisesti ottaen umpisoluisen, al-
haisen K-arvon omaavan vaahtomateriaalin valmistamiseksi,
5 joka vaahtomateriaali saadaan tuloksena prosessista, jos-
sa fenoli-aldehydi-resolihartsiin, huokoistusaineeseen ja
mahdollisesti pinta-aktiiviseen aineeseen sekoitetaan
happokatalyysaattoria, jolloin muodostuu seos, joka kaade-
taan sitten muovausvälineeseen ja kovetetaan, t u n -
10 n e t t u siitä, että

(a) resolihartsista poistetaan vettä niin, että
saavutetaan alle 7 paino-%:n vesipitoisuus, hartsin mas-
sasta laskettuna, sen jälkeen kun on lisätty viskositeet-
tia muuntavaa aromaattista orgaanista liuotinta sellainen
15 määrä, joka riittää ylläpitämään viskositeetin alle 100
Pa's; ja

(b) resolihartsiin, josta on poistettu vettä, li-
sätään 10-20 paino-% hartsin massasta haarautumatonta di-
hydroksieetteripolyglykolia, jonka molekyylipaino on yli
20 300.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että resolihartsista poistetaan
vettä, kunnes saavutetaan 3-6 paino-%:n vesipitoisuus
hartsin massasta laskettuna.

25 3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että liuotin on fenoli, anilii-
ni, resorsinoli, kreosoli tai aminofenoli.

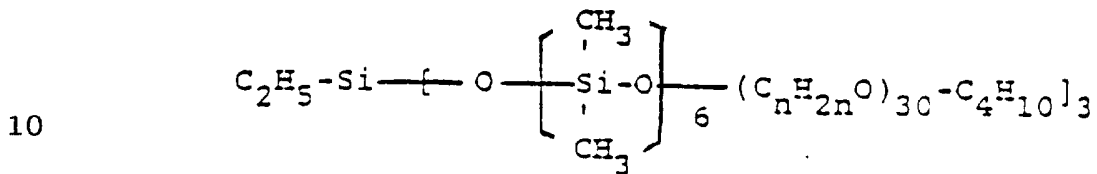
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että liuotin on fenoli tai ani-
30 liini.

5. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukai-
nen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että liuotinta
lisätään 8-20 paino-% hartsin massasta.

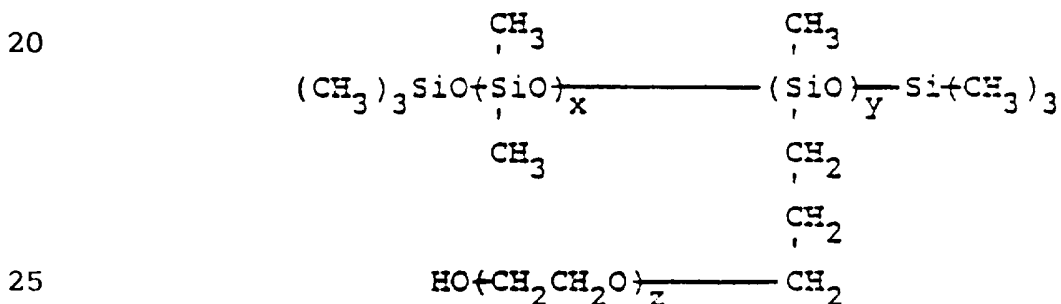
6. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukai-
35 nen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyglykoli

valitaan ryhmästä, jonka muodostavat polyetyleeniglykolit ja polypropyleeniglykolit.

7. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pinta-aktiivinen aine on alkyyilisiloksaani-alkyleenioksidisegmenttikopolyymeeri, jolla on kaava



jossa $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}$ on oksietyleeni-oksipropyleenisekasegmentti, joka sisältää 17 oksietyleeniyksikköä ja 13 oksipropyleeniyksikköä; tai alkyyilisiloksaani-alkyleenioksidikopolyymeeri, jolla on kaava



jossa x on kokonaisluku 15 tai 16, y on kokonaisluku 2 tai 3 ja z on kokonaisluku 10 tai 11; tai etoksyloitu riisiiniöljy.

8. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että huokoistusaine on triklooritrifluorietaan.

9. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että valmiste-

taan vaahtomateriaali, jonka K-arvo on alle 0,029 W/m·K
24 °C:ssa.

5 10. Jonkin patenttivaatimuksen 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että valmistetaan vaahtomateriaalia, jonka solujen keskimääräinen läpimitta on noin 0,1 - 0,5 mm normin American Society for Testing Materials (ASTM) D-2842 mukaisesti mitattuna.

10 11. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyglykolin määrä on yli 15 paino-% ja resolihartsiin jääneen fenolin ja vaahtoutettavassa seoksessa olevan liuottimen yhteismäärä on yli 14 paino-%, molemmat hartsin massasta laskettuna.

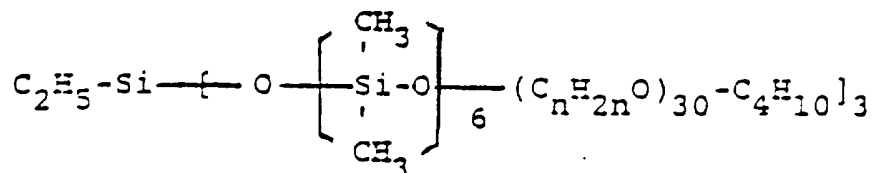
15 12. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ennen vedenpoistoa hartsista liuotinta lisätään sellainen määrä, joka riittää aikaansaamaan hartsin, josta on poistettu vettä, viskositeetiksi alle 3,5 Pa·s (3500 cps).

Patentkrav

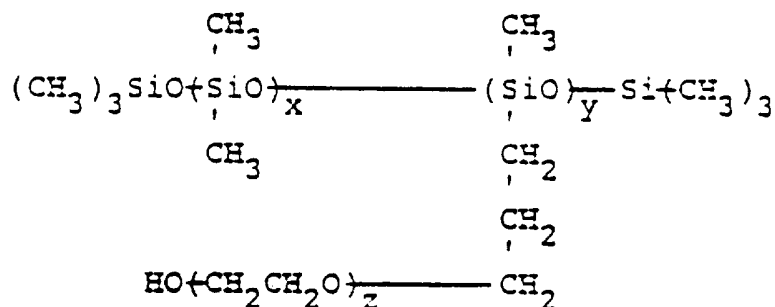
1. Förfarande för framställning av ett skum-
material med allmänt slutna celler och låg K-faktor,
5 vilket skummaterial erhålles som resultat av ett för-
farande vari ett fenol-aldehyd-resolharts, ett jäsmedel
och, eventuellt, ett ytaktivt medel blandas med en syra-
katalysator för bildning av en blandning som därefter
hålles in i ett formningsmedel och härdas, k ä n n e -
10 t e c k n a t av att
- (a) resolhartset avdrages till en vattenhalt av
lägre än 7 viktprocent, baserat på hartsvikten, efter
tillsats av ett viskositetsmodifierande aromatiskt or-
ganiskt lösningsmedel i en mängd som är tillräcklig för
15 att bibehålla en viskositet av lägre än 100 Pa·s; och
- (b) från 10 till 20 viktprocent, baserat på harts-
vikt, av en ogrenad dihydroxieterpolyglykol som har en
molekylvikt högre än 300 sättes till det avdragna resol-
hartset.
- 20 2. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e -
t e c k n a t av att resolhartset avdrages till en vat-
tenhalt av från 3 till 6 viktprocent baserat på harts-
vikten.
3. Förfarande enligt patentkrav 1 eller 2,
25 k ä n n e t e c k n a t av att lösningsmedlet är fenol,
anilin, resorcinol, kresol eller aminofenol.
4. Förfarande enligt patentkrav 3, k ä n n e -
t e c k n a t av att lösningsmedlet är fenol eller
anilin.
- 30 5. Förfarande enligt något av föregående patent-
krav, k ä n n e t e c k n a t av att lösningsmedel
tillsättes från 8 till 20 viktprocent baserat på harts-
vikten.
6. Förfarande enligt något av föregående patent-
35 krav, k ä n n e t e c k n a t av att polyglykolen väl-

jes bland polyetylenglykoler och polypropylenglykoler.

7. Förfarande enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t av att det ytaktiva med-
let är en alkylsiloxan-alkylenoxid-segmentsampolymer med
5 formeln



vari $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}$ är ett blandat oxietylen/oxipropylen-segment
av 17 oxietylenenheter och 13 oxipropylenenheter; eller
en alkylsiloxan-alkylenoxid-sampolymer med formeln



vari x är ett heltal lika med 15 eller 16, y är ett heltal lika med 2 eller 3 och z är ett heltal lika med 10 eller 11; eller en etoxylerad ricinolja.

8. Förfarande enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t av att jämsmedlet är tri-
klortrifluoretan.

9. Förfarande enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t av att man framställer ett skummaterial som har en K-faktor som är lägre än
35 0,029 watt/(m²K) vid 24 °C.

10. Förfarande enligt något av patentkraven 1-8,
k ä n n e t e c k n a t av att man framställer skum-
material som har en medelcellstorleksdiameter av från 0,1
till 0,5 mm bestämd i överensstämmelse med American
5 Society for Testing Materials (ASTM) D-2842-normen.

11. Förfarande enligt något av föregående patent-
krav, k ä n n e t e c k n a t av att mängden poly-
glykol är större än 15 viktprocent och den totala mängden
av all kvarvarande fenol i resolhartset plus lösnings-
10 medel i den skumbara blandningen är högre än 14 vikt-
procent, båda baserade på hartsvikten.

12. Förfarande enligt något av föregående patent-
krav, k ä n n e t e c k n a t av att tillräckligt lös-
ningsmedel tillsättes före avdragning av hartset så att
15 viskositeten för det avdragna hartset är lägre än 3,5
Pa's (3500 cps).