

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **15.01.1999**
(32) Datum podání prioritní přihlášky: **16.01.1998**
(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/1008041**
(33) Země priority: **NL**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14.03.2001**
(Věstník č. 3/2001)
(86) PCT číslo: **PCT/NL99/00029**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/36368**

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 2577

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 03 C 25/10

(71) Přihlašovatel:

ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S, Hedehusene,
DK;

(72) Původce:

Stanssens Dirk Armand Wim, Houthalen, BE;
Husemoen Thor, Roskilde, DK;
Hansen Erling Lennart, Gentofte, DK;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,
14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Sloučenina pro použití jako pojídlo minerálních
vláken a způsob pro její opatřování**

(57) Anotace:

Sloučenina nebo její soli, vhodná pro použití jako pojídlo
minerálních vláken, například skelné nebo kamenné vaty,
kterážto sloučenina obsahuje karboxykyselinovou skupinu
a/nebo β -hydroxyalkylamidovou skupinu, se vyrábí reakcí
cyklického anhydridu a alkanolaminu.

Sloučenina pro použití jako pojídlo minerálních vláken a způsob pro její opatřování

Oblast techniky

Vynález se týká sloučeniny nebo její soli, vhodné pro použití jako pojídlo pro minerální vlákna, tzn. uměle vyrobená slinutá vlákna (MMVF – Men Made Vitreous Fibres), například skelná, strusková nebo kamenná vlákna, tzn. minerální vatu, zejména kamennou vatu, pojídlového prostředku, který obsahuje takovouto sloučeninu, způsobu pro opatřování uvedené sloučeniny a prostředku, výrobku z minerálních vláken, opatřeného takovýmto pojídlem a použití uvedené sloučeniny a prostředku jako pojídla minerálních vláken.

Dosavadní stav techniky

Fenolové a formaldehydové pryskyřice, které se hlavně jako pojídlo pro skelnou nebo kamennou vatu používají, jsou jedovaté.

Během nanášení a vytvrzování pojidel, po jejich dodání minerálním vláknům, se uvolňují fenol, formaldehyd a amoniak. Z hlediska životního prostředí jsou tyto látky nežádoucí.

Kromě toho během nanášení, většinou nastříkáváním pojídla na skelné předivo nebo kamenná vlákna, se ztratí velké množství pojídla, které většinou je nemožné získat zpět pro opětovné použití.

Podstata vynálezu

Proto podle prvního hlediska tohoto vynálezu se poskytne sloučenina podle nároků 1 až 12.

Vynálezci zjistili, že takováto sloučenina je zejména vhodná pro použití jako pojídlo pro výrobky z minerální vaty, jelikož sloučenina je výhodně nepolymerní a má nízkou relativní molekulovou hmotnost, a proto jsou náklady ve srovnání s polymerními pojídly minimalizovány a zacházení s takovými nepolymerními sloučeninami je jednoduché.

Jelikož sloučenina je rozpustná ve vodě, nejsou zapotřebí další rozpouštěcí činidla aby se získalo rozpustné pojídlo, které má pro přilnavost na minerálních vláknech požadovanou viskozitu.

Kromě toho při nanášení nebo vytvrzování sloučeniny podle tohoto vynálezu se do prostředí neuvolňují žádné jedovaté materiály.

Sloučeniny podle tohoto vynálezu rovněž mají požadované vlastnosti co do tvrdosti, odolnosti proti poškrábání, chemické odolnosti, mechanických vlastností a vlastností přilnavosti po vytvrzení.

V obecném vzorci (I) vytvářejí R-skupiny, s výjimkou R₉, buď společně nebo se sousedním uhlíkovým atomem nebo s uhlíkovým atomem na B nebo na Y, cyklo-acyklickou skupinu.

Výhodně je B 1,2-ethylenová, 1,2-ethylidenová, 1,3-propylenová, 1,2-cyklohexylová, 1,2-fenylenová, 4-karboxyl-1,2-fenylenová, 1,3-fenylenová, 1,4-fenylenová a/nebo 1,2-cyklohex-4-enylová skupina.

B je nasycené nebo nenasyčené.

B se substituuje například (C₁-C₁₂)alkylovou skupinou, která je nasycená nebo nenasyčená.

B může tvořit část polymeru. Polymery se získají reakcí anhydridové funkce polymerů s β-hydroxyalkylaminem nebo s derivátem hydroxyalkylaminu.

Anhydridové funkční polymery se získají například radikálovou polymerací anhydridu kyseliny maleinové se styrenem a s (meth)akrylátovými monomery.

Anhydrid kyseliny maleinové se rovněž roubuje na nenasyčené sloučeniny. Reakcí kyseliny maleinové s oleji, například s lněným olejem vzniknou produkty, které se nazývají maleinované oleje, které se roubují na nenasyčené sloučeniny, použijí se jako komonomer nebo se přimíchají do sloučenin.

Jestliže B netvoří část polymeru, tak relativní molekulová hmotnost sloučenin je menší než 1000 a výhodně menší než 600.

Podle druhého hlediska tohoto vynálezu se podle nároků 13 až 17 poskytne tvrditelný prostředek, vhodný pro použití jako pojidlo pro minerální vlákna.

Prostředek vykazuje takové vlastnosti, jak bylo popsáno shora pro sloučeninu.

Prostředek obsahuje více než 10 % hmotnostních, například více než 25 % hmotnostních a výhodně 50 % nebo více sloučeniny podle nároků 1 až 12.

Pojidlo se zlepší standardními pojidlovými aditivy, příklady aditiv zahrnují: aminopropylsiloxan pro zlepšení přilnavosti ke sklu, stabilizátory pro zabránění odbourávání působením tepla nebo UV-zářením a povrchově aktivní sloučeniny. Plnidla, například hlinka, křemičitany, síran hořečnatý a pigmenty, například oxid titaničitý, lze rovněž použít a rovněž hydrofobizační

činnidla, například sloučeniny fluoru, oleje, minerální a silikonový olej (reaktivní nebo nereaktivní).

Prostředek se rovněž aplikuje v kombinaci s dalšími pojidlovými prostředky, například s fenolformaldehydovými pryskyřicemi.

Velmi dobrá pojidlová pevnost se docílí přidáním urychlovače k prostředku, výhodný urychlovač je fosforan sodný.

Dále ještě, protože pojidlový prostředek je výhodně složen ze sloučenin s nízkou relativní molekulovou hmotností, má při vysokých koncentracích viskozitu, která je nižší než například viskozita polyakrylátových pojidel.

To je výhodné, protože při vytvrzování po počátečním mžikovém odpaření se neodpařuje žádná obvykle přítomná voda. Před vytvrzováním již má prostředek viskozitu, která umožňuje nastříkávání na minerální vlákna a přilnutí prostředku na vláknech, jakmile je nastříkán.

Jelikož prostředek ve vodě tvoří pravé roztoky, nejsou pro možnost nanášení prostředku na minerální vlákna třeba žádná rozpouštěcí činnidla, viskozita prostředku je dostatečně vysoká, aby dobře ulpěl na minerálních vláknech a dostatečně nízká, jak bylo uvedeno shora, aby nastříkávání bylo možné. Snížení viskozity se docílí ohřevem prostředku na teplotu nižší než při které dochází k případné kondenzační reakci.

Podle třetího hlediska tohoto vynálezu se poskytne sloučenina podle nároku 18.

Čtvrté hledisko tohoto vynálezu se týká způsobu pro poskytnutí sloučeniny, která je vhodná pro použití jako pojidlo pro minerální vlákna podle nároků 19 až 28, viz vyobrazení na Obr. 7.

Schematické objasnění reakce, například mezi tetrahydroftalanhydridem a diethanolaminem, viz na vyobrazení na Obr. 1.

Reakce mezi anhydridem a alkanolaminem se provádí bez rozpouštědla, ve vodě nebo v organickém rozpouštědlu. Výhodně reakce začíná v přítomnosti méně než 40 % hmotnostních vody vzhledem k reagujícím látkám.

Oddestilování vody, je-li žádoucí, probíhá za tlaku 1 bar (100 kPa), za vakua nebo azeotropicky.

Ekvivalentní poměr anhydridu k alkanolaminu je obecně mezi 1,8 : 1,0 a 1,0 : 1,8. Výhodně je tento poměr mezi 1,5 : 1,0 a 1 : 1,5.

V případě požadavku vysoké hustoty zesíťování se použijí jako výchozí materiály di- nebo trialkanolaminy nebo karboxykyselinové funkční anhydridy.

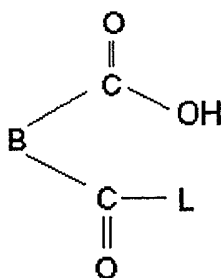
Další hledisko tohoto vynálezu se týká sloučeniny, která se získá tímto způsobem.

Reakcí diethanolaminu s aktivovaným esterem, například s cyklickým anhydridem, rovněž například vznikne ester-amin.

Stejný produkt však se připraví z β -hydroxyalkylamidu následkem vnitřního přeuspořádání. Vynálezci naměřili, že β -hydroxyalkylamid a ester-amin jsou ve vzájemné rovnováze v obvyklém poměru 85/15. V případě, že ester-amin dále reaguje s cyklickým anhydridem, vytváří se další β -hydroxylamid, viz například Obr. 2.

Hodící se sloučenina se rovněž získá reakcí mezi alkanolaminem, jak bylo například popsáno shora a sloučeninou, která má jednu karboxykyselinovou skupinu a aktivovanou karboxykyselinovou skupinu.

Sloučenina, která má karboxykyselinovou skupinu a aktivovanou karboxykyselinovou skupinu je výhodně sloučenina podle následujícího obecného vzorce:



Kde

– B má takový význam, jak je vviádřeno v nárocích 5 a 7.

– L = $\text{O} - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{OR}_7$ nebo $\text{O} - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{R}_7$ nebo OR_7

Kde R_7 je (C_1 - C_{22}) rozvětvená nebo nerozvětvená alkylová skupina.

Příklady příslušných sloučenin s jednou karboxykyselinovou skupinou a jednou aktivovanou karboxykyselinovou skupinou jsou alkylestery, například mono(m)ethyladipát a mono(m)ethylsebakát. Aktivované karboxykyselinové skupiny jsou například anhydridy a thioestery.

Sloučenina pro použití v tomto vynálezu se také získá reakcí mezi cyklickým anhydridem, například popsáným shora a alkoholem, po které získaný reakční produkt reaguje na místě s alkanolaminem.

Příklady vhodných alkoholů jsou alkoholy (C_1 - C_{10}). Výhodně se použijí methanol nebo ethanol.

Další pojídlový prostředek podle tohoto vynálezu se získá reakcí acyklických poly-anhydridů s alkanolaminy nebo deriváty.

Rovněž existuje taková možnost, že karboxykyselinové skupiny a β -hydroxyalkylamidové skupiny se nenacházejí na stejné sloučenině.

Podle dalšího hlediska tohoto vynálezu se poskytne prostředek, vhodný pro použití jako pojídlo, který obsahuje jednu nebo více sloučenin s karboxykyselinovými skupinami nebo β -hydroxyalkylamidovými skupinami. Vhodné, ve vodě rozpustné molekuly, které mají β -hydroxyalkylamidy se získají tak, jak je ukázáno na vyobrazeních na Obr. 4 a 5, ve kterých výchozí materiály jsou dimethyladipát nebo kaprolakton. Protože s těmito molekulami není možná tvorba soli, tak je známo, že se vytvoří převážně (> 70 %) amidy.

Tato reakce probíhá v přítomnosti katalyzátoru, například natrium-methanolátu. Není-li katalyzátor použit, tak se reakce musí provádět při vyšší teplotě.

Sloučeniny, které obsahují karboxykyselinové skupiny, jsou zcela nebo částečně ve vodě rozpustné sloučeniny, například maleinová kyselina, glutarová kyselina, adipová kyselina, 2-methyladipová kyselina, jantarová kyselina, citronová kyselina a vinná kyselina.

Sloučeniny, které obsahují karboxykyselinové skupiny, se rovněž získají částečnou nebo úplnou reakcí výše funkčních alkoholů, mono-, di- a polysacharidů, například sacharózy nebo polyvinylalkoholu, se shora popsány cyklickými anhydridy.

Ve vodě rozpustné sloučeniny jsou sloučeniny, které lze homogenně rozptýlit ve vodě. Případně se použijí emulze nebo disperze.

Pro další zlepšení rozpustnosti sloučenin s karboxykyselinovými funkcemi ve vodě se přidá zásada, například přidá zásada, která se vypaří během vytvrzovací reakce. Příklady takovýchto zásad jsou aminy například amoniak, methylamin, diethylamin a triethylamin.

V jiném výhodném provedení tohoto vynálezu se použijí adiční produkty, které mají β -hydroxyalkylamidy s cyklickými anhydridy. Na Obr. 6 je jeden z výsledných reakčních produktů

Podle dalšího hlediska tohoto vynálezu se poskytne vytvrditelné pojidlo podle nároků 30 až 33.

Další hledisko tohoto vynálezu se týká způsobu pro poskytnutí výrobků z pojených minerálních vláken podle nároků 34 a 35. Pojidlový prostředek se výhodně nastříkává na vlákna hned po zvláknění skloviny nebo kamenné taveniny. Vytvrzení pojidlového prostředku probíhá při vnášení nastříkaných vláken do sušárny. Doba vytvrzování závisí hlavně na složkách, které jsou použity v pojidlu a na požadované teplotě sušárny. β -Hydroxyalkylamidové skupiny, připojené například na aromatickou skupinu, budou reagovat pomaleji s karboxykyselinami než β -hydroxyalkylamidové skupiny, které jsou připojené na acyklickou skupinu a aromatické karboxykyseliny budou reagovat rychleji s β -hydroxyalkylamidy než acyklické karboxykyselinové skupiny. Teploty vytvrzování jsou většinou mezi 150 °C a 400 °C a výhodně mezi 200 °C a 400 °C. Doba vytvrzování je většinou mezi 10 sekundami a 600 sekundami.

Nevyužité pojidlo se, díky jeho nízké reaktivitě, recykluje. Jestliže se voda během postupu z pojidlového prostředku odpaří, vrátí se, je-li to potřeba, do postupu, aby se viskozita upravila na požadovanou hladinu.

Jestliže pojidlový prostředek na vlákna nekončí ve vatě, shromažďuje se v procesní vodě buď přímo nebo při čištění stěn a kanálů v systému zvláknovací komory. Tato voda se použije jako ředicí voda pro pojidlo, čímž se předejde ztrátám pojidla nebo se ztráty sníží.

Suroviny pro prostředek z vláken se přemění na taveninu obvyklým způsobem, například v plynu vytápěné peci nebo v elektrické peci nebo v šachtové nebo kuplové peci. Tavenina se přemění na vlákna obvyklým způsobem, například způsobem s potáčem nebo s kaskádovým rotorem, například popsáným v dokumentu WO 92/06047.

Uměle vyrobená slinutá vlákna (MMVF) se vyrábějí z taveniny, například z kamene, ze strusky, skla nebo z jiných tavenin. Tavenina se v peci vytváří tavením minerálního prostředku požadovaného složení. Takový prostředek se obecně vytváří mísením kameniva nebo minerálů, aby se dostalo požadované složení. Pojidlo se použije na MMVF, která jsou při použití trvanlivá, ale která vykazují biologickou rozpustnost, jak je například popsáno v dokumentech EP 791 087 a EP 596 088.

Vlákna mají jakýkoli vhodný průměr a délku. Obvykle je průměrný průměr vlákna menší než 10 μ m, například 5 μ m. Výrobek z minerální vaty obvykle obsahuje 1 až 15 % hmotnostních pojidla, výhodně 2 až 10 % hmotnostních. Obvykle se pojidlo přidává k vláknům hned po zvláknění taveniny. Obvykle má výrobek z minerální vaty tvar desky, tabule nebo jinak

tvárovaných výrobků. Výrobky podle tohoto vynálezu lze tvarovat pro jakékoli obvyklé účely z uměle vyrobených vláken, například na desky, tabule, roury nebo jinak tvarované výrobky, které mají sloužit jako tepelná izolace, protipožární izolace a jako protihluková ochrana nebo úprava nebo jako zahradnické pěstitelské médium. Pojidlo je rovněž použitelné pro povlékání povrchu buď vláken nebo jedné nebo více ploch výrobků z minerálních vláken. Pro výrobky z minerální vaty jsou typickými aditivami silanový a minerální olej. Typické fenolické pojídlo je popsáno v dokumentu US 4710 406.

Ještě dalšími hledisky tohoto vynálezu je použití sloučenin a/nebo prostředků podle tohoto vynálezu jako pojídlových činidel pro výrobky z minerálních vláken.

Vynález bude nyní popsán pomocí následujících příkladů 1 až 12, tabulek 1, 2 a 3 a schematických vyobrazení 1 až 7, ve kterých:

- Obr. 1, 2 a 7 schematicky znázorňují reakční postup pro poskytnutí sloučenin podle tohoto vynálezu,
- Obr. 3 znázorňuje rovnováhu mezi β -hydroxyamidem a ester-aminem a jejich přeměnu na další β -hydroxyamid.
- a Obr. 4 a 5 znázorňují reakci mezi dimethyladipátem a kaprolaktonem s diethanolaminem pro poskytnutí sloučenin podle tohoto vynálezu,
- Obr. 6 znázorňuje směsi různých sloučenin podle tohoto vynálezu, získaných reakcí funkčních β -hydroxyalkylamidů částečně s cyklickými anhydridy.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Příprava kondenzačního produktu ftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného minerálním olejem a opatřeného mechanickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 300 g ftalanhydridu, 100 g vody a 212 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 70 °C. Po dvou hodinách je ftalanhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je čirý, bezbarvý roztok s nízkou viskozitou.

Příklad 2

Příprava kondenzačního produktu sukcinanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného minerálním olejem a opatřeného mechanickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 300 g sukcinanhydridu, 100 g vody a 315 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 70 °C. Po dvou hodinách je sukcinanhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, bezbarvý roztok s nízkou viskozitou.

Zkoušení sloučenin, které byly získány v Příkladech 1 a 2

Sloučeniny, které byly získány podle Příkladů 1 a 2, byly tvrzeny na skleněné destičce v sušárně 60 sekund při 250 °C.

Vytvrzené sloučeniny měly velmi dobré vlastnosti co do tvrdosti, odolnosti proti poškrábání, chemické odolnosti, mechanických vlastností a přilnavosti na sklo.

Příklad 3

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 120 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu, 40 g vody a 84,8 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 70 °C. Po dvou hodinách je anhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou, snadno ředitelný vodou.

Příklad 4

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 170 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu, 120 g vody a 84,8 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 70 °C. Po dvou hodinách je anhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou, snadno ředitelný vodou.

Příklad 5

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 244 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu, 120 g vody a 84,8 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 70 °C. Po dvou hodinách je anhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok a vykazuje malou ředitelnost vodou.

Příklad 6

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem a dusíkovým vstupem, se vloží 40 g vody, 84,8 g diethanolaminu a 20 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 90 °C. Jakmile se anhydrid rozpustí, tak se přidá dalších 20 g anhydridu, následovaných dalšími 20 g opět po rozpuštění a dalších až do celkových 120 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. 15 minut po úplném rozpuštění je reakční produkt hotový. Po dvou hodinách je anhydrid zcela rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou a snadno ředitelný vodou.

Příklad 7

Příprava kondenzačního produktu sukcinanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného vodou a opatřeného magnetickým míchadlem, se vloží 120 g sukcinanhydridu, 80 g vody a 126 g diethanolaminu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 90 °C. Po dvou hodinách je sukcinanhydrid zcela

rozpuštěný a reakční produkt je hotový. Reakční produkt je čirý, bezbarvý roztok s nízkou viskozitou, snadno ředitelný vodou. Po zředění vodou na 41% obsah tuhých látek je viskozita 6,3 cP ($6,3 \cdot 10^{-3}$ Pa·s). Rozbor pojidla ukazuje, že 46,6 % aminu je vázáno jako amid a 10,9 % skupin hydroxy je vázáno jako ester.

Příklad 8

Příprava a zkoušení vybraných pojidlových vzorků na vyhodnocení pojidlové pevnosti vůči perličkám s prostředkem z minerálních vláken (zkouška se zkušební tyčí z drti – Grit bar test)

Pro zhotovení zkušebních tyčí o rozměrech 140 mm × 25 mm × 10 mm se použijí perličky s průměry od 0,25 mm do 0,5 mm.

Pro zhotovení zkušebních tyčí se smísí 90 ml pojidlového roztoku o obsahu 15 % tuhých látek a 0,2 % silanového spojovacího činidla pojidlových tuhých látek se 450 g perliček.

Spojovací činidlo je gama-aminopropyltriethoxysilan.

K některým pojidlovým roztokům se přidá $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (3 % pojidlových tuhých látek) jako vytvrzovací urychlovač.

Ze 450 g perliček, smíchaných s pojidlovým roztokem, se připraví 8 zkušebních tyčí, které se v termostatu vytvrzují 2 hodiny při 200 °C.

Čtyři zkušební tyče se zlomí rovnou (pevnost za sucha), ostatní 4 se před zlomením vloží na 3 hodiny do 80 °C teplé vody (pevnost za vlhka).

Pevnost pojidla se stanoví zlomením zkušebních tyčí v měřicím zařízení, kde upínací délka je 100 mm a rychlost lisovacího trnu je 10 mm/min. S použitím upínací délky, šířky a tloušťky zkušebních tyčí se pojidlová pevnost stanoví v N/mm^2 .

Tabulka 1 Výsledky získané při zkoušce se zkušební tyčí z drti

	Pojidlová pevnost za sucha	Pojidlová pevnost za vlhka	
Pojidlo z Příkladu 1	žádná pevnost		DEA : PTA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 2	11 N/mm ²	1 N/mm ²	DEA : SCA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 3	7 N/mm ²	3 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 3 + urychlovač	9 N/mm ²	2 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 4	6 N/mm ²	2 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1,4
Pojidlo z Příkladu 4 + urychlovač	10 N/mm ²	4 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1,4
Pojidlo z Příkladu 6	4 N/mm ²	2 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 6 + urychlovač	8 N/mm ²	3 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 7 + urychlovač	11 N/mm ²		DEA : SCA 1 : 1
Standardní fenolické pojidlo	5 - 6 N/mm ²	3 - 4 N/mm ²	

DEA = diethanolamin, SCA = sukcinanhydrid, THPA = 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydrid,
PTA = ftalanhydrid

Příklad 9

Příprava a zkoušení výrobku z minerálních vláken

Na základě výsledků pojidlové pevnosti v Příkladě 8 se provedl výrobní pokus na standardní lince na kamennou vatu. Bylo použito pojidlo, které je popsáno v Příkladu 6.

Vyrobil se standardní výrobek o hustotě 100 kg/m³, tloušťce 100 mm a ztrátě žíháním 2,5 %.

Mechanická pevnost se měřila podle EN 826 (pevnost v tlaku) a EN 1607 (pevnost v delaminaci).

Tabulka 2 Výsledky (průměrné hodnoty 8 vzorků)

Pojidlo	Obsah pojidla	Obsah oleje	Hustota	10% pevnost v tlaku	Pevnost v delaminaci
DEA/THPA	2,56 %	0,19 %	98,8 kg/m ³	26,2 kPa	7,1 kPa
DEA/THPA + urychlovač	2,61 %	0,19 %	101 kg/m ³	29,3 kPa	9,6 kPa
Referenční fenolické pojidlo	2,5 %	0,2 %	100 kg/m ³	25 kPa	7 kPa

Příklad 10

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem, se vloží 42 g vody, 84,8 g diethanolaminu a 20 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 90 °C. Jakmile se anhydrid rozpustí, tak se přidá dalších 20 g anhydridu, následovaných dalšími 20 g opět po rozpuštění a dalších až do celkových 160 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Patnáct minut po úplném rozpuštění je reakční produkt hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou a snadno ředitelný vodou.

Viskozita pojidlového roztoku se měří při různém obsahu tuhých látek ve vodě při 25 °C.

91,8 % tuhých látek	400 000	cP	(400 Pa·s)
78,8 % tuhých látek	3 500	cP	(3,3 Pa·s)
57,4 % tuhých látek	56	cP	(5,6·10 ⁻² Pa·s)
10,0 % tuhých látek	1,2	cP	(1,2·10 ⁻³ Pa·s)

Rozbor pojidla ukázal, že 16,8 % aminových skupin je vázáno jako amid a jako ester je vázáno 37,8 % hydroxy-skupin.

Příklad 11

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu a ftalanhydridu s diethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem, se vloží 42 g vody, 84,8 g diethanolaminu a 20 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 90 °C. Jakmile se anhydrid rozpustí, tak se přidá 20 g ftalanhydridu. Po rozpuštění se přidá dalších 20 g 1,2,3,6-tetrahydro-

ftalanhydridu a dále až do celkových 120 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Patnáct minut po úplném rozpuštění je reakční produkt hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou a snadno ředitelný vodou.

Příklad 12

Příprava kondenzačního produktu 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu s triethanolaminem

Do duplikátorového skleněného reaktoru, ohřívaného horkou vodou a opatřeného magnetickým míchadlem, se vloží 42 g vody, 120 g triethanolaminu a 20 g 1,2,3,6-tetrahydroftalanhydridu. Reakční směs se nepřerušovaně za míchání zahřívá na 90 °C. Jakmile se anhydrid rozpustí, tak se přidá 20 g ftalanhydridu, následovaných po rozpuštění dalšími 20 g a dále až do celkových 120 g anhydridu. Patnáct minut po úplném rozpuštění je reakční produkt hotový. Reakční produkt je čirý, světle žlutý roztok s nízkou viskozitou a snadno ředitelný vodou.

Tabulka 3

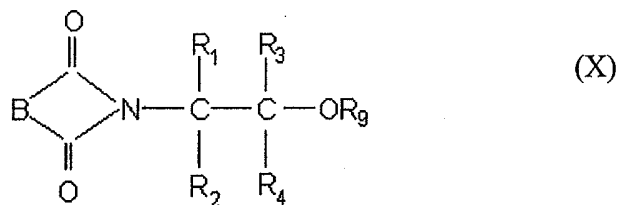
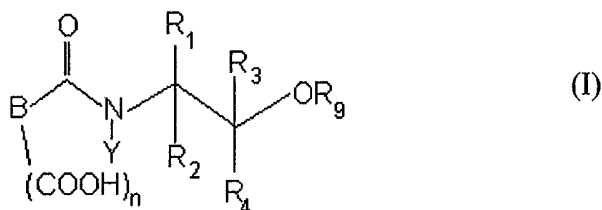
	Pojidlová pevnost za sucha	Pojidlová pevnost za vlhka	
Pojidlo z Příkladu 4 (tvrzeno při 250 °C)	4 N/mm ²	1 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1,4
Pojidlo z Příkladu 3 (tvrzeno při 250 °C)	7 N/mm ²	3 N/mm ²	DEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 11	4 N/mm ²	4 N/mm ²	DEA : THPA : PTA 1 : 1 : 0,15
Pojidlo z Příkladu 11 + urychlovač	9 N/mm ²	5 N/mm ²	DEA : THPA : PTA 1 : 1 : 0,15
Pojidlo z Příkladu 12	4 N/mm ²	2 N/mm ²	TEA : THPA 1 : 1
Pojidlo z Příkladu 12 + urychlovač	9 N/mm ²	3 N/mm ²	TEA : THPA 1 : 1

TEA = triethanolamin

Vynález není omezen na shora uvedený popis a příklady; práva, na něž jsou uplatňovány nároky, jsou spíše stanoveny následujícími nároky.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Sloučenina nebo její soli, vhodná pro použití jako pojídlo pro minerální vlákna, například pro skelnou nebo kamennou vatu, kterážto sloučenina obsahuje:
 - karboxykyselinovou skupinu a/nebo
 - β -hydroxyalkylamidovou skupinu.
2. Sloučenina podle nároku 1, kde poměr karboxykyselinových skupin a β -hydroxyalkylových skupin je od 1,0 : 5,0 do 5,0 : 1,0.
3. Sloučenina podle nároku 2, kde poměr karboxykyselinových skupin a β -hydroxyalkylových skupin je od 1,0 : 3,0 do 2,0 : 1,0.
4. Sloučenina podle kteréhokoli z nároků 1 až 3, kde funkcionalita hydroxyalkylových skupin je v rozmezí 1 až 250, výhodně v rozmezí 2 až 50 a kde funkcionalita karboxykyselinových skupin je menší než 250 a výhodně je v rozmezí 1 až 50.
5. Sloučenina podle kteréhokoli z nároků 1 až 4, kde sloučenina má následující obecný vzorec I nebo X:

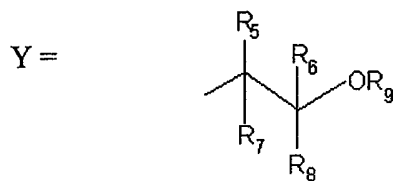
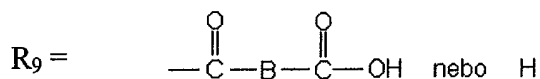


$n = 1, 2, 3$

B = (C₂-C₂₀) případně substituovaná, arylová nebo (cyklo)alkylová acyklická skupina.

R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆, R₇ a R₈ = H, (C₁-C₈) arylová nebo (cyklo)alkylová skupina nebo

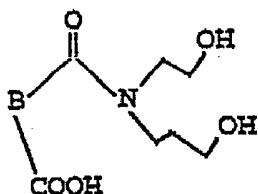
CH₂-OR, kde R = H, arylová nebo (cyklo)alkylová skupina,



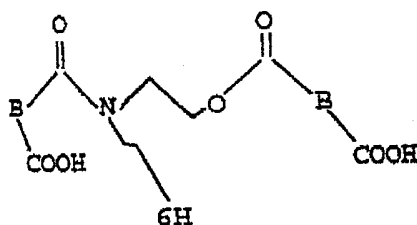
6. Sloučenina podle kteréhokoli z předchozích nároků, která má relativní molekulovou hmotnost menší než 1000 a výhodně menší než 600.
7. Sloučenina podle nároků 5 nebo 6, kde B je 1,2-ethylenová, 1,2-ethylidenová, 4-karboxyl-1,2-fenylenová, 1,3-propylenová, 1,2-cyklohexylová, 1,2-fenylenová, 1,3-fenylenová, 1,4-fenylenová a/nebo 1,2-cyklohex-4-enylová skupina.
8. Sloučenina podle kteréhokoli z nároků 5 až 7, kde:

$$Y = \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{H} \\ | \quad | \\ \text{—C—C—O—H} \\ | \quad | \\ \text{H} \quad \text{H} \end{array} \quad \text{a } R_1, R_2, R_3, R_4 = \text{H}$$
9. Sloučenina podle kteréhokoli z předchozích nároků, která je nepolymerní.
10. Sloučenina podle kteréhokoli z předchozích nároků 1 až 8, kde B je částí polymeru.
11. Sloučenina podle kteréhokoli z předchozích nároků, která je rozpustná ve vodě.
12. Sloučenina podle kteréhokoli z předchozích nároků, která je bez volné zásady.
13. Tvrditelný prostředek, vhodný pro použití jako pojídlo pro minerální vlákna, zejména pro skelnou vatu a kamennou vatu, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje:
 - sloučeninu podle kteréhokoli z předchozích nároků nebo její sůl a
 - standardní aditiva pro pojídlový prostředek, výhodně vybraná z následující skupiny: hydrofobizační činidla, například olej, minerální olej, silikonový olej (reaktivní nebo nereaktivní), fluoruhlíkové sloučeniny nebo zejména stearylamin; hydrofilní povrchově aktivní činidla, například polyethylenglykoly; silany nebo titaničitany; činidla obsahující vodu, zejména Mg(OH)_2 nebo $\text{Al}_2(\text{OH})_3$.

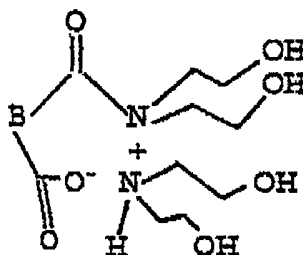
14. Prostředek podle nároku 13, dále vyznačený tím, že obsahuje urychlovač, kterýžto urychlovyč je výhodně fosfornan sodný.
15. Prostředek podle nároků 13 nebo 14, vyznačující se tím, že sloučenina podle kteréhokoli z nároků 1 až 12 se vybere ze skupiny, která se skládá z následujících sloučenin A až K, ve kterých B má stejný význam jako v kterémkoli z nároků 5 až 10:



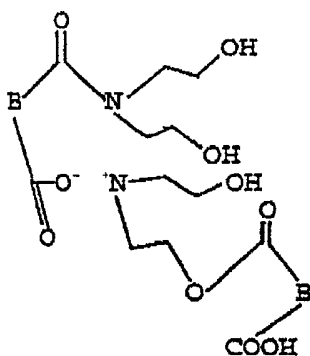
(A)



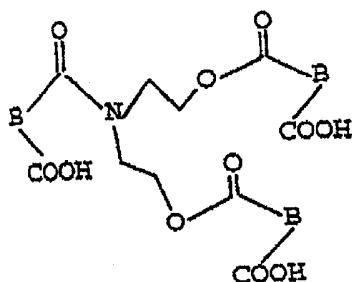
(B)



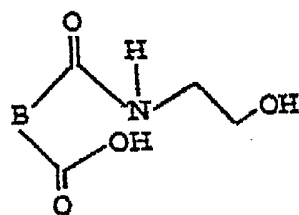
(C)



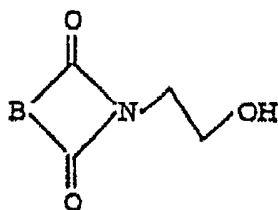
(D)



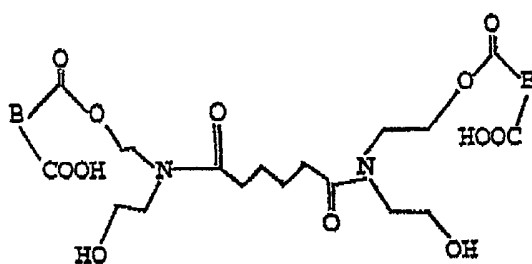
(E)



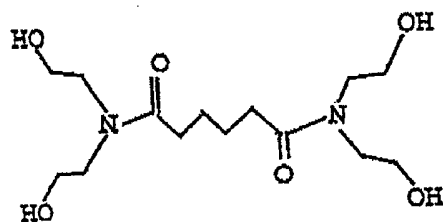
(F)



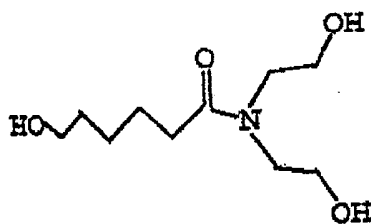
(G)



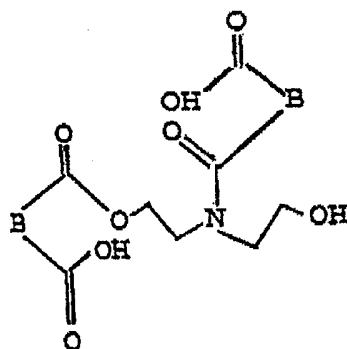
(H)



(I)

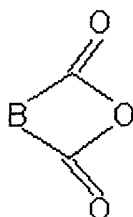


(J)



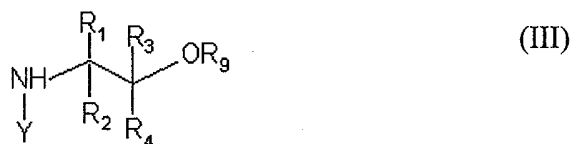
(K)

16. Prostředek podle kteréhokoli z předchozích nároků 13 až 15, vyznačující se tím, že má relativní molekulovou hmotnost menší než 1000 a výhodně menší než 600.
17. Prostředek podle kteréhokoli z předchozích nároků 13 až 16, vyznačující se tím, že dále obsahuje vodu.
18. Sloučenina vhodná pro použití jako pojídlo pro minerální vlákna, například skelnou nebo kamennou vatu, kterážto sloučenina obsahuje:
- karbonylovou sloučeninu, zejména anhydrid, obzvláště cyklický anhydrid, především aktivovaný ester a
 - amin, zejména alkanolamin, výhodně sekundární β -alkylamin, aby se získala požadovaná reakční rychlost.
19. Způsob pro získání sloučeniny vhodné pro použití jako pojídlo pro minerální vlákna, zejména skelnou vatu nebo kamennou vatu, vyznačující se tím, že se skládá z kroků:
- společného smísení v reakčních podmínkách karbonylové sloučeniny, výhodně anhydridu, zejména cyklického anhydridu s aminem, výhodně s alkanolaminem, nejvýhodněji se sekundárním β -alkylaminem.
20. Způsob podle nároku 19, vyznačující se tím, že směs se zahřeje na teplotu ležící v rozmezí 20 až 100 °C, výhodně alespoň na teplotu 50 °C a nejvýhodněji na teplotu alespoň 70 °C.
21. Způsob podle nároků 18 nebo 19, vyznačující se tím, že cyklický anhydrid má následující obecný vzorec II, kde B má stejný význam jako v kterémkoli z nároků 5 až 10:



(II)

22. Způsob podle kteréhokoli z nároků 19 až 21, vyznačující se tím, že cyklický anhydrid se vybere ze skupiny, která se skládá v podstatě z: ftalanhydridu, tetrahydroftalanhydridu, hexahydroftalanhydridu, 5-norbornen-2,3-dikarboxylového anhydridu, norbornan-2,3-dikarboxylového anhydridu, 2-dodecen-1-yl-sukcinanhydridu, anhydridu kyseliny maleinové, (methyl)-sukcinanhydridu, anhydridu kyseliny glutarové, 4-methylftalanhydridu, 4-methylhexahydroftalanhydridu a 4-methyltetrahydroftalanhydridu.
23. Způsob podle kteréhokoli z nároků 19 až 22, vyznačující se tím, že cyklický anhydrid se získá s karboxykyselinovou skupinou, výhodně ve formě anhydridu kyseliny trimellitové.
24. Způsob podle kteréhokoli z nároků 19 až 23, vyznačující se tím, že alkanolamin má následující obecný vzorec III:



kde R₁ až R₄, R₉ a Y mají stejný význam jako v nárocích 5 a 8.

25. Způsob podle nároku 24, vyznačující se tím, že alkanolamin se vybere ze skupiny, která se skládá z: monoalkanolaminů, dialkanolaminů, trialkanolaminů nebo z jejich směsí.
26. Způsob podle nároku 25, vyznačující se tím, že jeden nebo více alkanolaminů se vybere ze skupiny, která se skládá v podstatě z: (di)ethanolaminu, 1-(m)ethanolaminu, *n*-butyl-ethanolaminu, 1-(m)ethylizopropanolaminu, 3-amino-1,2-propandiolu, 2-amino-1,3-propandiolu, tris(hydroxymethyl)aminomethanu a nejvýhodněji je to diethanolamin.

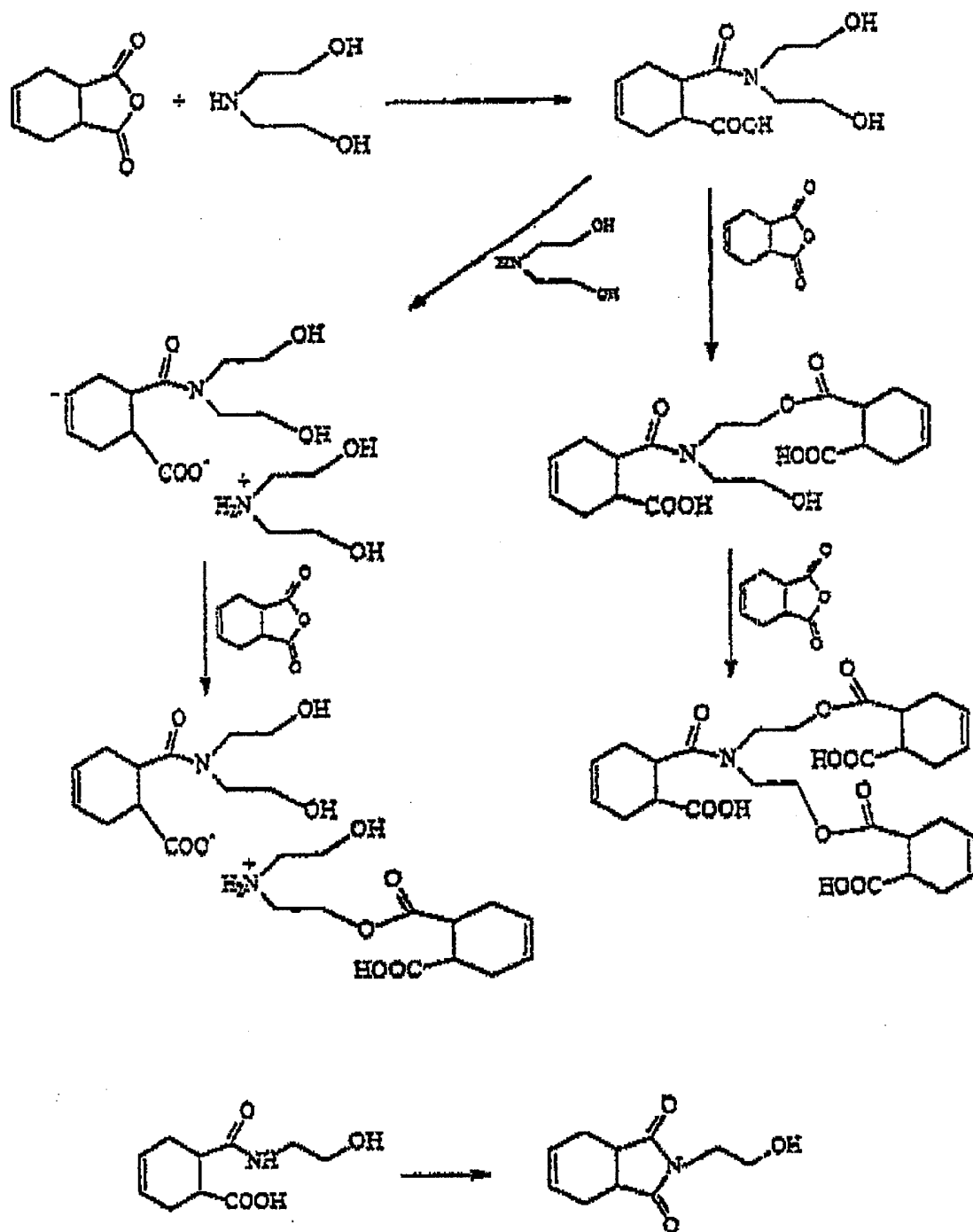
27. Způsob podle kteréhokoli z nároků 19 až 26, vyznačující se tím, že se volitelně provádí:
- v přítomnosti rozpouštědla a/nebo
 - v přítomnosti vody, přičemž, když se provádí v přítomnosti vody, tak reakce výhodně začíná v přítomnosti méně než 40 % hmotnostních vody ve srovnání s anhydridem a alkanolaminem.
28. Způsob podle kteréhokoli z nároků 19 až 26, vyznačující se tím, že molární poměr anhydridu k aminu je pod 2 : 1, výhodně pod 1,5 : 1 a nejvýhodněji 1,42 : 1 nebo nižší.
29. Sloučenina, která se získá podle kteréhokoli z předchozích nároků 19 až 28.
30. Vytvrditelný pojídkový prostředek, vhodný pro minerální vlákna, například skelnou vatu nebo kamennou vatu, vyznačující se tím, že obsahuje sloučeninu podle nároku 29 nebo kteréhokoli z nároků 1 až 12 a pojídkové aditivum a/nebo urychlovač, jak je popsáno v nárocích 13 a 14.
31. Prostředek podle kteréhokoli z předchozích nároků 13 až 17 a 30, vyznačující se tím, že má relativní molekulovou hmotnost menší než 1000 a výhodně menší než 600 a výhodně je rozpustný ve vodě.
32. Prostředek podle nároků 30 nebo 31, vyznačující se tím, že má pojídkovou pevnost za sucha alespoň 3, výhodně alespoň 6 a nejvýhodněji alespoň 8 N/m² a tím, že má pojídkovou pevnost za vlhka alespoň 1, výhodně alespoň 2 N/m² po 3 hodinách ve vodě o teplotě 80 °C.
33. Způsob pro získání pojeného výrobku z minerálních vláken, například skelné vaty nebo kamenné vaty, vyznačující se tím, že se skládá z kroků:
uplatnění sloučeniny nebo prostředku podle kteréhokoli z nároků 1 až 17 a 29 až 31 na minerální vlákna, následované jejich vytvrzením.
34. Výrobek z minerálních vláken, vyznačující se tím, že se získá podle nároku 33.

35. Výrobek z minerálních vláken, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se získá se sloučeninou nebo prostředkem podle kteréhokoli z předchozích nároků 1 až 17 a 29 až 32.
36. Použití sloučeniny a/nebo prostředku podle kteréhokoli z nároků 1 až 17 a 29 až 32 jako pojidlového prostředku pro minerální vlákna, zejména pro skelnou nebo kamennou vatu.
37. Použití ve vodě rozpustného pojidlového prostředku pro výrobu skelné nebo skleněné vaty, kde pojidlový prostředek obsahuje jednu nebo více sloučenin s karboxykyselinovými skupinami a β -hydroxyalkylamidovými skupinami.
38. Použití podle nároku 37, kde ekvivalentní poměr karboxykyselinových skupin a β -hydroxyalkylových skupin je mezi 1,0 : 5,0 a 5,0 : 1,0.
39. Použití podle nároku 37, kde ekvivalentní poměr karboxykyselinových skupin a β -hydroxyalkylových skupin je mezi 1,0 : 3,0.
40. Použití podle jednoho z nároků 37 až 39, kde pojidlo obsahuje sloučeninu podle obecného vzorce I nebo X, jak je ukázáno v nároku 5, kde:
 $n = 1, 2, 3$
B = (C₂-C₂₀) případně substituovaná, arylová nebo (cyklo)alkylová acyklická dvojitá skupina.
R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆, R₇ a R₈ = H, (C₁-C₈) arylová nebo (cyklo)alkylová skupina nebo CH₂-OR, kde R = H, arylová nebo (cyklo)alkylová skupina.
41. Použití podle nároku 40, kde relativní molekulová hmotnost sloučeniny podle obecného vzorce I je menší než 600.
42. Použití podle nároku 40, kde B je částí polymeru.
43. Použití podle nároku 41, kde B je 1,2-ethylenová, 1,2-ethylidenová, 4-karboxyl-1,2-fenylenová, 1,3-propylenová, 1,2-cyklohexylová, 1,2-fenylenová 1,3-fenylenová, 1,4-fenylenová nebo 1,2-cyklohex-4-enylová skupina.
44. Použití podle nároku 41, kde v obecném vzorci I, jak je ukázán v nároku 5, je R₁, R₂, R₃, R₄ = H.

45. Způsob pro přípravu skelné nebo kamenné vaty postříkáním přediva ze skla nebo kamene pojidlovým prostředkem podle kteréhokoli z nároků 37 až 44 a v y z n a č e n ý jejich následným vytvrzením při teplotách mezi 150 a 300 °C.
46. Skelná vata nebo kamenná vata, v y z n a č u j í c í s e t í m, že je pokryta vytvrzeným pojidlem, které je popsáno v jednom z nároků 37 až 44.

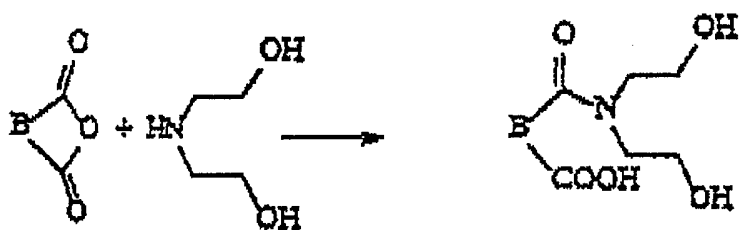
25.08.00

1/3



OBR. 1

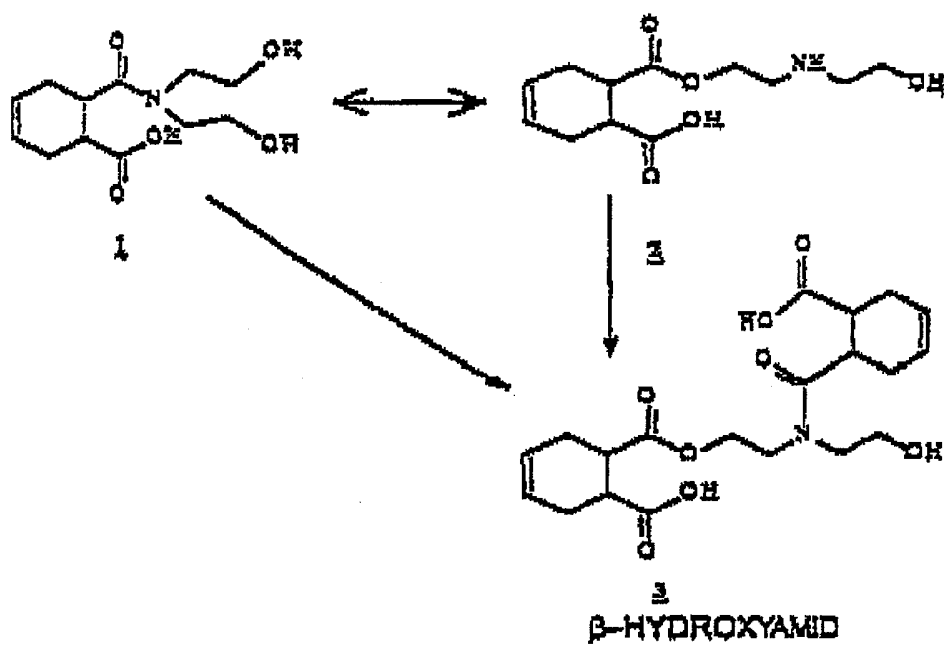
2/3



OBR. 2

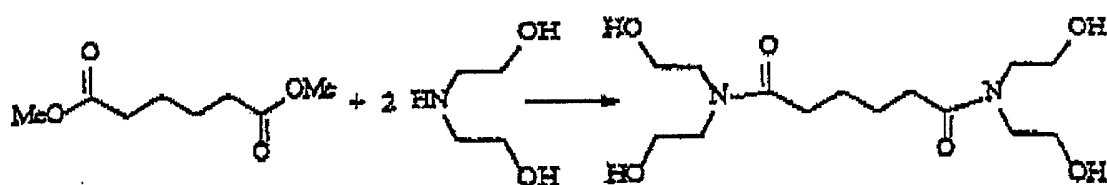
β -HYDROXYAMID

ESTER-AMIN

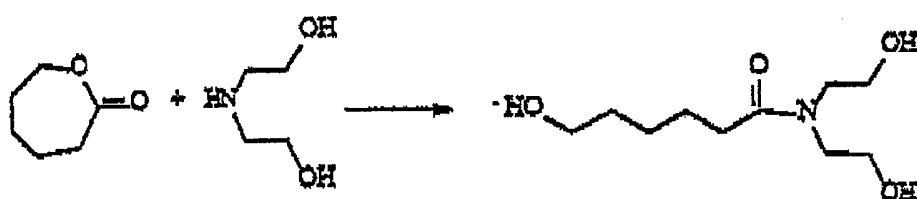


OBR. 3

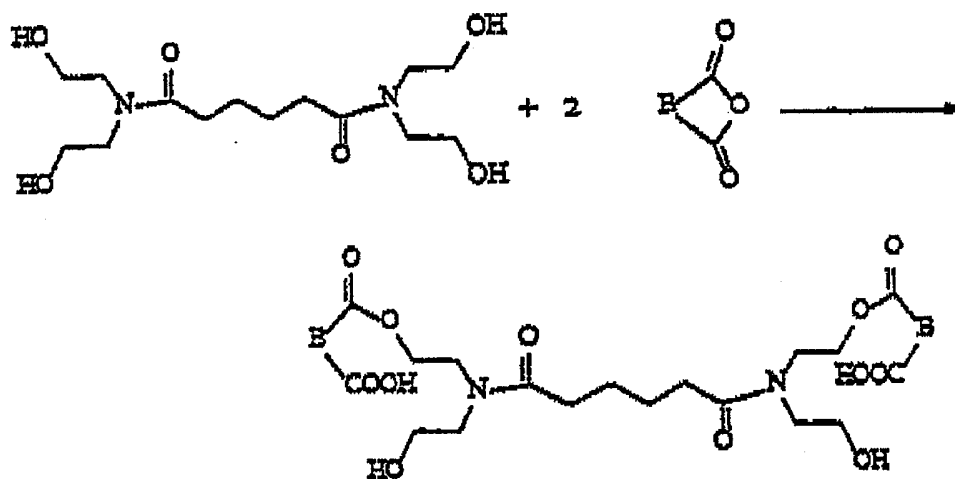
3/3



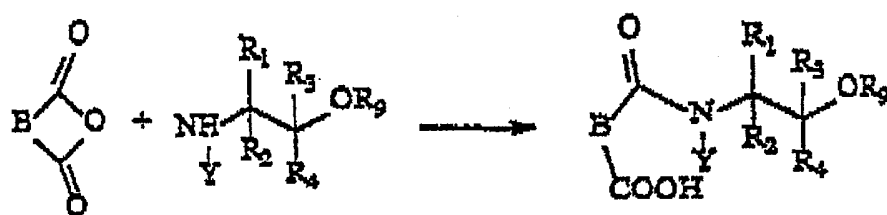
OBR. 4



OBR. 5



OBR. 6



OBR. 7