

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges

Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum

27. März 2014 (27.03.2014)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer

WO 2014/044604 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C04B 38/00 (2006.01) C08J 9/04 (2006.01)

C04B 38/10 (2006.01) C08J 9/12 (2006.01)

C08J 9/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2013/068996

(22) Internationales Anmeldedatum:

13. September 2013 (13.09.2013)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

12185665.2 24. September 2012 (24.09.2012) EP

(71) Anmelder: BASF SE [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(71) Anmelder (nur für CY): BASF SCHWEIZ AG [CH/CH]; Klybeckstrasse 141, CH-4057 Basel (CH).

(72) Erfinder: SIMANCAS, Kimberly; Kegelenstraße 3-5, 70372 Stuttgart (DE). BENTEN, Rebekka von; D 3, Nr. 4, 68159 Mannheim (DE). HÄHNLE, Hans-Joachim; Böhlackerstr. 27, 67435 Neustadt (DE). HAHN, Klaus; Im Bügen 9, 67281 Kirchheim (DE). NESTLE, Nikolaus; Wibiloweg 2, 69123 Heidelberg (DE). ULANOVA, Tatiana; Knietschstraße 3, 67063 Ludwigshafen (DE). ASSMANN, Jens; Hugo-Wolf-Str. 6, 68165 Mannheim (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF SE; 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: SYSTEM AND METHOD FOR PRODUCING AN IN-SITU PUR FOAM

(54) Bezeichnung : SYSTEM UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES ORTSCHAUMS

(57) Abstract: A system is described for producing an in-situ PUR foam, consisting of the components • 50 to 98 percent by weight of one or more inorganic fillers A), • 1 to 48 percent by weight of one or more water-soluble, cationic polymers B) • 0.5 to 48 percent by weight of one or more surfactants C) • 0.01 to 5 percent by weight of one or more cross-linkers D) which are reactive with the polymers B), • 0 to 20 percent by weight of one or more additives E), wherein the weight percentages of components A) to E) relate to the non-aqueous proportions and the total of A) to E) is 100 percent by weight. The inventino further relates to a method for producing an in-situ PUR foam using the components of the system and foaming with a gas or a gas mixture, and to a use for thermally insulating and filling-in cavities and hollow articles.

(57) Zusammenfassung: Ein System zur Herstellung eines Ortschaums, bestehend aus den Komponenten • 50 bis 98 Gew.-% ein oder mehrere anorganische Füllstoffe A), • 1 bis 48 Gew.-% ein oder mehrere wasserlösliche, kationische Polymere B) • 0,5 bis 48 Gew.-% ein oder mehrere Tenside C) • 0,01 bis 5 Gew.-% ein oder mehrere mit den Polymeren B) reaktionsfähige Vernetzer D) • 0 bis 20 Gew.-% ein oder mehrere Additive E), wobei sich die Gewichtsprozente von den Komponenten A) bis E) auf die nichtwässrigen Anteile beziehen und die Summe aus A) bis E) 100 Gew.-% ergeben, Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums unter Verwendung der Komponenten des Systems und Aufschäumen mit einem Gas oder einer Gasmischung und Verwendung zur Wärmedämmung und Ausfüllen von Hohlräumen und Hohlkörpern.

WO 2014/044604 A1

System und Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein System und Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums sowie dessen Verwendung.

Ortschäume auf Basis von Urethanen, härtbaren Aminoplastkondensaten oder Phenolharzen sind seit langem bekannt. Ein Nachteil ist, dass sie brennbar sind und beim Trocknen schwin-
10 den. Die DE 25 42 471 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung schwundarmer Schaumstoffe aus härtbaren Aminoplastkondensaten in Gegenwart von schwund- und brennbarkeitsmindernden Umsetzungsprodukten aus ortho-Borsäure und mehrwertigen Alkoholen oder Polyalky-
lenglykolethern mehrwertiger Alkohole.

- 15 Die WO 2011/051170 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines elastischen anorganischen-organischen Hybridchaumstoffes mit guten Wärme- und Schallabsorptionseigenschaften. Der Schaumstoff wird durch Verschäumen einer Mischung aus Gips oder Kaolin, einer wässrigen Polyvinylaminlösung, einer flüchtigen organischen Verbindung als Treibmittel, einem Emul-
gator und Vernetzer erhalten wird. Aufgrund der verwendeten Treibmittel ist ein bündiges Aus-
20 schäumen von Hohlräumen nicht möglich.

Die WO 2009/109537 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Schaumstoffes mit hoher Flammfestigkeit und geringer Dichte durch Härtung eines Schlag- oder Treibschaums aus einer wässrigen Zusammensetzung, die Alkalisilikate, Tenside und eine wässrige Polymerdispersion
25 enthält. Die Filmbildung durch Trocknung der Polymerdispersion ist für die Anwendung als Ort-
schaum zu langsam.

JP-A 11-27931 beschreibt einen flammfesten Sprühschaum auf Basis von Polyurethanen, der durch Vermischen unter Druck einer wässrigen Phosphorsäurelösung und gegebenenfalls an-
30 organischen Füllstoffen mit einer Mischung aus NCO-Gruppen enthaltenden Urethan-
Präpolymeren und Calciumcarbonat erhalten wird.

Aus der DE 199 12 988 C1 sind Füllstoff enthaltende Schaumstoffe auf Basis von Polyuretha-
nen und deren Eignung als Wärme- und Isolierstoffe sowie als Brandschutzschäume bekannt.

35 WO 2008/007187 beschreibt einen Hybridschaumstoff auf Basis von Polyurethanen und anorganischen Füllstoffen mit guten thermischen und akustischen Isolierereigenschaften, Durchlässigkeit und Flammenschutz, sowie gute Haftung auf Beton.

- 40 Werden Ortschäume auf Basis von Polyurethanen zur Verfüllung von nahezu geschlossenen Hohlräumen verwendet, kann die Bildung von CO₂ bei der Reaktion der Komponenten zu einem so hohen Druckaufbau in den Hohlräumen führen, dass die Wandungen gesprengt werden.

2

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, den genannten Nachteilen abzuweichen und ein System und Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums bereitzustellen, der schrumpfarm, emissionsarm und in kurzer Zeit schnittfest ist. Des Weiteren sollte er ein bündiges Ausschäumen auch von unregelmäßigen und/oder nahezu geschlossenen Hohlräumen ermöglichen und für den Brandschutz einen geringen Brennwert, bevorzugt geringer als 3,0 MJ/kg, sehr geringe Rauchentwicklung und kein brennendes Abtropfen aufweisen.

Die Aufgabe wurde durch ein System zur Herstellung eines Ortschaums gelöst, welches die Komponenten

50 bis 98 Gew.-%, bevorzugt 85 bis 95 Gew.-% ein oder mehrere anorganische Füllstoffe A), 1 bis 48 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 10 Gew.-% ein oder mehrere wasserlösliche, kationische Polymere B)

0,5 bis 48 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 10 Gew.-% ein oder mehrere Tenside C)

0,01 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 1 Gew.-% ein oder mehrere mit den Polymeren B) reaktionsfähige Vernetzer D)

0 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 10 Gew.-% ein oder mehrere Additive E),

umfasst, wobei sich die Gewichtsprozente von den Komponenten A) bis E) auf Feststoff bzw. den nichtwässrigen Anteil beziehen und die Summe aus A) bis E) 100 Gew.-% ergeben.

Komponente A)

Als Komponente A) umfasst das System ein oder mehrere anorganische Füllstoffe, insbesondere Mineralien, beispielsweise kolloidale Kieselsäure, Silikate, wie Aluminiumsilikate, insbesondere Kaolin $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ oder Kaolinit $\text{Al}_4[(\text{OH})_8\text{Si}_4\text{O}_{10}]$, Sulfate wie Calciumsulfat, insbesondere wasserhaltige Sulfate $\text{Ca}[\text{SO}_4] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ mit $n = 1/2, 2$ (Gips), oder Mischungen davon. Besonders bevorzugt werden Calciumsulfat, REA-Gips aus Rauchgasentschwefelungsanlagen, Aluminiumsilikate, insbesondere Kaolin oder Mischungen davon eingesetzt.

Die Komponente A wird vorzugsweise als natürlich vorkommendes Mineral eingesetzt und ist vorzugsweise nicht oberflächenbehandelt. Der mittlere Partikeldurchmesser der Komponente A) liegt bevorzugt im Bereich von 0,1 bis 10 μm . Die Dichte der Komponenten A) liegt vorzugsweise im Bereich von 2 bis 3 kg/m^3 .

Komponente B)

Als Komponente B) umfasst das System ein oder mehrere kationische Polymere. Bevorzugt sind solche, die primäre oder sekundäre Aminogruppen tragen. Das Polymer B) ist wasserlöslich, d.h. die Löslichkeit in Wasser beträgt mindestens 5 Gew.-%, bevorzugt mindestens 10

Gew.-% unter Normalbedingungen (20°C, 101,3 kPa) bei pH 7. Es wird in Form einer wässrigen Lösung, bevorzugt in einer Konzentration von mindestens 50 g/l, insbesondere mindestens 100 g/l eingesetzt.

- 5 Beispiele für kationische Polymere B sind solche, die durch Polymerisation ein oder mehrerer Monomeren, ausgewählt aus Vinylamin, Allylamin, Ethylenimin, Vinylimidazol, N-alkyl aminoethylacrylat, N-alkyl aminoethylmethacrylat, N-alkylamino propylacrylamid, N-alkylamino propylacrylamid, N,N-dialkyl aminoethylacrylat, N,N-dialkyl aminoethylmethacrylat, N,N-dialkylamino propylacrylamid, N,N-dialkylamino propylacrylamid, erhalten werden.

10

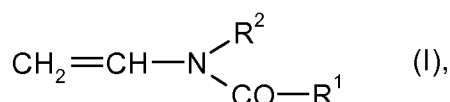
Ebenfalls anwendbar sind Polymere, die prim. oder sec. Aminogruppen tragen und die auf nachwachsenden Rohstoffen wie Sacchariden basieren wie z.B. Chitosan.

15

Geeignet sind insbesondere die in WO 2010/145956 beschriebenen Vinylamideinheiten enthaltenden Polymerisate bzw. die durch anschließende teilweise oder vollständige Abspaltung von Formylgruppen aus dem in das Polymerisat einpolymerisierten N-Vinylformamid unter Bildung von Aminogruppen erhältlichen Copolymerisate.

20

Bevorzugt sind Polymere, die durch vollständige oder partielle Hydrolyse von Polymeren erhalten werden, die durch Polymerisation von mindestens einem Monomeren der Formel



25

in der R^1 , R^2 = H oder C_1 - bis C_6 -Alkyl bedeuten, erhältlich sind. Bevorzugte Monomere der Formel (I) sind N-Vinylformamid, N-Vinyl-N-methylformamid, N-Vinylacetamid, N-Vinyl-N-methylacetamid, N-Vinyl-N-ethylacetamid, N-Vinyl-N-methylpropionamid und N-Vinylpropionamid.

30

Besonders bevorzugt sind Polyvinylamin oder Poly(vinylamin-vinylformamide)-Copolymere.

35

Die Ladungsdichten der kationischen Polymeren B (ohne Gegenionen) liegen in der Regel im Bereich von 1 und 23 meq/g, bevorzugt im Bereich von 3 und 14 meq/g, besonders bevorzugt im Bereich von 4 und 11 meq/g. Die gewichtsmittleren Molekulargewichte liegen üblicherweise im Bereich von 50.000 bis 2.000.000, bevorzugt im Bereich von 100 000 bis 1 000 000, besonders bevorzugt im Bereich von 300.000 bis 500.000. Besonders bevorzugt sind Polyvinylamine und deren Copolymere die unter der Marke Lupamin® vertrieben werden. Beispiele sind Lupamin®9030, Lupamin®9050, Lupamin®9095.

40

Komponente C)

Als Komponente C) umfasst das System ein oder mehrere Tenside, die zur Bildung und Stabilisierung des Schaums eingesetzt werden. Als Tenside können anionische, kationische, nichtionische oder amphotere Tenside verwendet werden.

- 5 Geeignete anionische Tenside sind Diphenylenoxidsulfonate, Alkan- und Alkylbenzolsulfonate, Alkyl-naphthalinsulfonate, Olefinsulfonate, Alkylethersulfonate, Alkylsulfate, Alkylethersulfate, alpha-Sulfofettsäureester, Acylaminoalkansulfonate, Acylisethionate, Alkylethercarboxylate, N-Acylsarcosinate, Alkyl- und Alkyletherphosphate. Als nichtionische Tenside können Alkylphenolpolyglykolether, Fettalkoholpolyglykolether, Fettsäurepolyglykolether, Fettsäurealkanolamide, EO/PO-Blockcopolymere, Aminoxyde, Glycerinfettsäureester, Sorbitanester und Alkylpolyglucoside verwendet werden. Als kationische Tenside kommen Alkyltriallmoniumsälze, Alkylbenzyl-dimethylammoniumsälze und Alkylpyridiniumsälze zum Einsatz.

- 15 Besonders bevorzugt werden Mischungen aus anionischen und nichtionischen Tensiden eingesetzt.

Komponente D)

- 20 Als Komponente D) umfasst das System einen oder mehrere Vernetzer D), die mit der Komponente B) reagieren können. Bevorzugt werden als Vernetzer D) Aldehyde, Isocyanate, Epoxide, Acrylate, Acrylamide, Ester, Divinylsulfonate, besonders bevorzugt Ethandial verwendet.

25 Komponente E)

- Als Komponente E) kann das System ein oder mehrere Additive umfassen. Als Additive kommen insbesondere Verbindungen in Frage, die den Schrumpf oder die Wasseraufnahme des Ortschaums verringern. Zur Verringerung des Schrumpfs kann beispielsweise Dimethyldihydrophyethylharnstoff eingesetzt werden. Die Wasseraufnahme kann beispielsweise durch selbstvernetzende Styrol-Acrylat-Dispersionen verringert werden.

- 35 Zur besseren Verschäumbarkeit können viskositätssteigernde Additive, z.B. Stärke, modifizierte Zellulosen oder Polyvinylalkohol zugesetzt werden.

- Das System enthält keine leichtflüchtigen organischen Treibmittel, wie niedrigsiedende C₄-C₈-Kohlenwasserstoffe, Alkohol, Ether, Ketone und Ester.

- 40 Für einen guten Brandschutz sollte der Anteil an organischen Bestandteilen in dem Ortschaum möglichst gering sein. Bevorzugt wird ein System eingesetzt, bei dem der Anteil an organischen Bestandteilen so gering ist, dass die Ortschäume den Brandtest A2 nach DIN 4102 bestehen und einen Feuerwiderstand F30 bei einer Dicke von 50mm und F60 bei einer Dicke von 100mm

aufweisen. Die Summe der Feststoffe (nichtwässrigen Anteile) der Komponenten B), C), D) und E) liegt daher bevorzugt im Bereich von 2 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 5 bis 11 Gew.-%, bezogen auf den Ortschaum.

- 5 Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums unter Verwendung der oben beschriebenen Komponenten A) bis E) des Systems und Aufschäumen mit einem Gas oder einer Gasmischung.

- 10 Der Ortschaum kann durch Vermischen und Aufschäumen einer wässrigen Zusammensetzung aus den Komponenten A) bis E) mit einem Gas oder einer Gasmischung unter Druck und Einwirkung mechanischer Kräfte, wie Rühren oder Scherung mittels statischen Mischern erhalten werden. Es ist auch möglich, die wässrige Zusammensetzung durch das Dispergieren eines inerten Gases in Form von feinen Gasblasen aufzuschäumen. Das Eintragen von Gasblasen in
15 die wässrige Zusammensetzung kann mit Hilfe von Schlag-, Schüttel-, Rühr-, Peitsch-Stator- oder Rotorvorrichtungen erfolgen. Bevorzugt werden Mischer mit Stator- und/oder Rotor-elementen eingesetzt.

- 20 Als Gas oder Gasmischung werden vorzugsweise inerte Gase, wie Stickstoff, Argon, Kohlenstoffdioxid oder Sauerstoff eingesetzt. Besonders bevorzugt wird Luft verwendet.

- Zur Herstellung des Ortschaums wird bevorzugt aus den Komponenten A) bis D) eine wässrige Suspension mit einem Feststoffgehalt im Bereich von 30 bis 50 Gew.-% hergestellt und durch Eintragen von Druckluft mit einem Druck im Bereich von 100 bis 2000 kPa aufgeschäumt.

- 25 Bevorzugt umfasst das Verfahren die Stufen

- (a) Eintragen eines Gases oder einer Gasmischung in eine wässrige Lösung oder Suspension, die mindestens die Komponente C) enthält,
(b) gegebenenfalls Einmischen weiterer Komponenten A) bis E) zusammen oder getrennt
30 über ein oder mehrere Mischelemente,
(c) Aufschäumen der wässrigen Suspension, die mindestens die Komponenten A) bis C) enthält,
(d) gegebenenfalls Zugabe der Komponente D),
(e) Trocknung auf einen Wassergehalt unter 0,5 Gew.-%.

- 35 In Stufe (a) wird vorzugsweise Druckluft mit einem Druck im Bereich von 100 bis 2000 kPa eingetragen.

- 40 Das Einmischen der Komponenten A) bis E) kann zusammen oder getrennt über ein oder mehrere Mischelement erfolgen. Bevorzugt werden die Komponenten B) und D) des Systems bzw. die diese Komponenten enthaltenden Vormischungen separat gelagert und erst vor Ort zur

Herstellung des Ortschaums vermischt. Vorzugsweise erfolgt die Eintragung über verschiedene Dosierstellen der Vorrichtung.

Der Ortschaum kann in handelsüblichen Schäumvorrichtungen für Ortschäume hergestellt werden. Geeignete Vorrichtungen zur Herstellung des Ortschaums (F) sind in den Abbildungen Fig. 1 - 3 schematisch dargestellt.

Die Vorrichtung gemäß Fig. 1 besteht aus drei statischen Mischern (SM 1, SM 2 und SM 3) mit drei Dosiereinrichtungen (D1, D2 und D3). Vorzugweise werden die Komponenten C) und das Gas oder der Gasmischung über die Dosiereinrichtung (D1), die Komponenten A), B) und E) gemeinsam über die Dosiereinrichtung (D2) und die Komponente D) über die Dosiereinrichtung (D3) zugegeben.

Die Vorrichtung gemäß Fig. 2 besteht aus nur einem statischen Mischer (SM 1) mit der Dosiereinrichtungen (D1) für die Zugabe der wässrigen Zusammensetzung aus Komponenten A) bis E).

Die Vorrichtung gemäß Fig. 3 entspricht der Vorrichtung gemäß Fig. 2 mit einer zusätzlichen Dosiereinrichtung (D2). Hier können Die Komponenten A), B), C) und gegebenenfalls E) gemeinsam über die Dosiereinrichtung D1 und getrennt davon die Komponente D) über die Dosiereinrichtung D2 zugegeben werden.

In der Regel werden die Komponenten B) – D) in Form wässriger Lösungen eingesetzt. Zur Anpassung der Viskosität können einzelnen Komponenten oder Mischungen der Komponenten weites Wasser zugesetzt werden. Bevorzugt weist die wässrige Suspension in Stufe (c) einen Feststoffgehalt im Bereich von 5 bis 50 Gew.-%, besonders bevorzugt von 10 bis 30 Gew.-% auf.

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Ortschaum, der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich ist. Je nach eingesetzter Verschäumungsapparatur, Anzahl der Mischelemente und Einstellung des Drucks kann die Dichte in weiten Bereichen eingestellt werden. Vorzugsweise weist der Ortschaum eine Dichte im Bereich von 10 bis 300 kg/m³ auf.

In der Regel weist der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältliche Ortschaum gegenüber einem mit Treibmittel getriebenen Treibschäum gleicher Zusammensetzung einen niedrigeren mittleren Porendurchmesser und eine engere Porengrößenverteilung auf. Die homogene Schaumstruktur des Ortschaums zeigt sich auch in einer geringeren Wärmeleitfähigkeit. Der erfindungsgemäße Ortschaum weist bevorzugt einen mittleren Porendurchmesser unter 1 mm auf. Die Verteilungsbreite der Porendurchmesser liegt bevorzugt im Bereich von 0,2 – 1 mm. Demgegenüber liegt der mittlere Porendurchmesser beim Treibschäum im Bereich von 1 - 5 mm und die Verteilungsbreite der Porendurchmesser im Bereich von 1 – 4 mm.

Der Ortschaum weist vorzugsweise einen Brennwert, bestimmt nach DIN 51900 Teil 3, von kleiner als 3,0 MJ/kg, bevorzugt im Bereich von 0,1 bis 2,9 MJ/kg auf.

- Die Wasseraufnahme nach Lagerung der Schaumproben in einer Klimakammer bei 85% Feuchtigkeit bis zur Gewichtskonstanz beträgt bevorzugt 1 bis 35 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 20 Gew.-%.

- Die Schrumpfung nach Lagerung der Schaumproben in einer Klimakammer bei 85% Feuchtigkeit bis zur Gewichtskonstanz beträgt bevorzugt 0,1 bis 10%, besonders bevorzugt 1 bis 7 %.

- Der Ortschaum ist an Luft bei 20°C bevorzugt innerhalb eines Zeitraums im Bereich von 5 bis 50 sec, besonders bevorzugt im Bereich von 10 bis 25 sec nach dem Aufschäumen schnittfest. Der Ortschaum eignet sich zur Wärmedämmung und zum Ausfüllen von Hohlräumen und Hohlkörpern, insbesondere zum Dämmen von Hohlräumen in Bauwerken, beispielsweise durch Füllen von zweischaligen Mauerwerken. Des Weiteren eignet sich der Ortsschaum zur Innendämmung von Bauwerken, besonders von Wänden, Decken, Kriechkellerdecken und Dächern, zum Ausschäumen von Hohlblocksteinen zur Verbesserung der Dämmleistung, zum Dämmen von Rohrleitungen und Technikkomponenten, zum brandsicheren Verschluss von Mauerdurchbrüchen für beispielsweise Leitungsdurchführungen, sowie zum Ausfüllen von brandsicheren Sektionaltoren, Türen und Fensterprofilen. Der Ortschaum eignet sich auch als Brandriegel oder Teil eines Brandriegels in Gebäuden oder zum Ausfüllen von Hohlräumen und Hohlkörpern.

- Der Ortsschaum kann für diese und andere Anwendungen sowohl allein als auch in Kombination mit einem oder mehreren anderen Dämmmaterialien in Form von Platten oder Flocken eingesetzt werden. Geeignete Dämmmaterialien sind geschäumte Kunststoffe, wie Partikelschaumstoffe aus weißem oder grauem, expandierbarem Polystyrol (EPS, Styropor®, Neopor®) oder Styrolextrusionsschaumstoffe (XPS, Styrodur®) oder Polyurethanschaumstoffe (PUR), geschäumte Elastomere auf Basis von Neopren-kautschuk oder EPDM, anorganische Dämmstoffe, wie Mineralfasern, Steinwolle, Glaswolle, Glasschaumgranulate, Schaumglas, Bläherlite oder Silikatschaumstoffe, Naturdämmstoffe wie, Schafwolle, Flachs, Holzweichfaserplatten, Holzwolleleichtbauplatten, Kork, Kokosmatten oder Zellulose. Bevorzugt kann der erfindungsgemäße Ortschaum zusammen mit Mineralwolle eingesetzt werden.

35 Beispiele

Einsatzstoffe:

- | | | |
|----|-----------------|---|
| 40 | Komponente A1 | REA-Gips (aus einer Rauchgas-Entschwefelungs-Anlage),
CaSO ₄ ·2H ₂ O. Calcium sulfate dihydrate |
| | Komponente A2.1 | Kaolin (Fa. Fluka, nicht calciniertes Aluminiumsilikat, Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄ ,
Pharma grade) |

	Komponente A 2.2	Ansilex® 93 (calciniertes Kaolin, nicht oberflächenbehandelt, mittlere Partikelgröße 0,9µm)
	Komponente B1.1	Lupamin® 9050 (Copolymer aus Vinylformamide und Vinylamin (1:1) mit hohem Molekulargewicht; 10%ige Lösung in Wasser, pH ca. 8, mit Chlorid als Gegenion)
5	Komponente B1.2	Lupamin® 9070 (Copolymer aus Vinylformamide und Vinylamin (3:7) mit hohem Molekulargewicht; 10%ige Lösung in Wasser, pH ca. 8, mit Chlorid als Gegenion)
10	Komponente B1.3	Lupamin® 9050 (Copolymer aus Vinylformamide und Vinylamin (1:1) mit hohem Molekulargewicht; 10%ige Lösung in Wasser, pH ca. 8, mit Benzoe-+Amidosulfonsäure (1:1) als Gegenion)
	Komponente C1	Tensidmischung aus anionischem und nichtionischem Tensid: Disponil FES 32 (Natriumlaurylpolyethersulfat) und Lutensol AT80 (Fettsäureethoxylat) im Gewichtsverhältnis 1:3;
15	Komponente C2	AmphosolCS-50 (Cocamidopropyl Hydroxysulfate)
	Komponente D1	Glyoxal (Ethandial, Oxalaldehyd)
	Komponente D2	Waterpox® 1422 (Epoxy Resin dispersion in water. 53-57%. 2-6 Pa.s)
	Komponente E1	Durapox® NT (Zwei-Komponenten-Reaktionsharzsystem mit Epoxid als Harzkomponente und einer Mischung aus Isophorondiamin und N-(3-Aminopropyl)-N-dodecyl-propan-1,3-diamin als Härterkomponente)
20	Komponente E2	Acronal® 5044 (wässrige selbstvernetzbar Dispersion eines Copolymer aus einem Acrylsäureester und Styrol, Feststoffgehalt 55 Gew.-%, Filmbildungstemperatur T _g -15°C, Partikelgröße ~400nm, pH 6,5-8,5, Viskosität 10-100 mPas.
25	Komponente E3	Fixapret® NF: Dimethyldihydroxyethylharnstoff
	Komponente E4	Melamin (rein, Pulver)

Beispiele 1 – 10

30 Für die Beispiele 1 – 10 wurde in einem Aufbau gemäß Fig. 1 mit drei statischen Mischelementen (SM 1, SM 2, SM 3) mit Durchmessern zwischen 5 und 10 mm eine wässrige Lösung der Komponente C mit Druckluft (2000 kPa) im ersten Mischelement SM 1 verschäumt. Über das zweite Mischelement SM 2 wurde anschließend eine Mischung der Komponenten A1, A2, B und E und gegebenenfalls zusätzlichem Wasser zur Einstellung des Feststoffgehaltes der Suspension zugemischt. Zuletzt wurde im dritten Mischelement SM 3 die Komponente D zudosiert und homogenisiert. Durch die Beaufschlagung des Aufbaus mit Druckluft vor dem ersten Mischelement wird der Schaum durch die weiteren Mischelemente zur Austrittdüse gefördert. Die Trocknung erfolgte an Luft bei 20°C.

Beispiele 11 – 16

- 5 In Beispiel 11 und 16 wurden die Komponente A) bis D) und gegebenenfalls zusätzlichem Wasser zur Einstellung des Feststoffgehaltes der Suspension zusammen in einer Vorrichtung gemäß Fig. 2 mit einem statischen Mischelement (SM 1) mit einem Durchmesser von 25 mm bei einem Betriebsdruck von 500 kPa mit Druckluft verschäumt. Die Trocknung erfolgte an Luft bei 20°C.
- 10 In Tabelle 1 und 2 sind die Komponenten A bis E zur Herstellung der Ortschäume, jeweils bezogen auf den nichtwässriger Anteil, in Gewichtsprozent und die Eigenschaften des getrockneten Ortschaums zusammengestellt. Der Feststoffgehalt (nichtwässrige Anteil) in Gewichtsprozent bezieht sich auf die Mischung der Komponenten vor dem Verschäumen (Beispiele 11 und 16).
- 15 Die Dichte der Schaumprobe wurde bestimmt durch Wiegen und Messen von Länge, Breite und Höhe. Der Brennwert wurde laut Norm DIN 51900 Teil 3 bestimmt. Für die Bestimmung der Wasseraufnahme (Gew.-%) wurden die Schaumproben in einer Klimakammer bei 85% Feuchtigkeit bis zur Gewichtskonstanz gelagert. Die Schnittfestigkeit nach der Aufschäumung wurde mit einem Messer und einem Chronometer bestimmt. Eine Probe gilt als schnittfest, wenn ein
- 20 Stück der Probe mit dem Messer abgetrennt und abgehoben werden kann, ohne dass dieses Stück die Form verliert. Für die Bestimmung des Schrumpfens wurden die Schaumproben in einer Klimakammer bei 85% Feuchtigkeit bis zur Gewichtskonstanz gelagert und die Dimensionsänderungen gemessen.

Tabelle 1 Einsatzstoffe für die Ortschäume der Beispiele 1 – 10 in Gewichtsprozent, bezogen auf den nichtwässrigen Anteil der Komponenten und Eigenschaften der getrockneten Ortschäume

5

Komponente	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
A1	55,7	32,6	58,7	58,7	62,2	58,7	58,9	60,1	59,6	59,8
A2.1	27,8	16,3	29,4	29,4	31		29,3	30,0	29,7	29,8
A2.2						29,4				
B1.1	8,3	4,9	8,8	8,8	5	8,8	4,7	7,5	3,1	9
B1.2										
B1.3										
C1	7,6	45,8	2,5	2,5	1,4	2,5	1,3	1,3	1,3	1,3
C2										
D1	0,6	0,3	0,6	0,6	0,2	0,6	0,1	0,2	0,2	0,01
D2										
E1								0,9		
E2									6,1	
E3					0,3					
E4							5,6			
Feststoffgehalt Suspension [Gew.-%]	40	26	34	30	45	30	47	41	48	43
Eigenschaften Ortschaum										
Dichte [kg/m³]	240,9	40,2	172,3	95,2	50,7	95,6	94,2	97,1	95,2	95,2
Brennwert [MJ/kg]	> 3	> 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
Wasseraufnahme [Gew.-%]	32	33	32	31	33	32	20	15	8	14
Schnittfest [sec]	20	22	21	21	22	20	21	19	22	208
Schrumpf [%]	8	7	7	8	2	1	7	8	7	7
Wärmeleitf. λ [mW/m*K]					40					

Tabelle 2 Einsatzstoffe für der Ortschäume der Beispiele 11 – 16 in Gewichtsprozent, bezogen auf den nichtwässrigen Anteil der Komponenten, und Eigenschaften der getrockneten Ortschäume

Komponente	B11	B12	B13	B14	B15	B16
A1	62,4	62,4	62,4	62,4	62,4	62,4
A2.1	31,1	31,1	31,1	31,1	31,1	31,1
A2.2						
B1.1	5	5			5	5
B1.2			5			
B1.3				5		
C1	1,4	1,4	1,4	1,4		1,4
C2					1,4	
D1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	
D2						0,2
E1						
E2						
E3						
E4						
Feststoffgehalt Suspension [Gew.-%]	45	32	32	32	32	32
Eigenschaften Ortschaum						
Dichte [kg/m ³]	35,2	26,9	36,1	32,7	25,8	35,9
Brennwert [MJ/kg]	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
Wasserauf-nahme [Gew.-%]	16	9	33	17	33	25
Schnittfest [sec]	18	21	830	22	20	21
Schrumpf [%]	7	8	9	8	7	9
Wärmeleitf. λ [mW/m*K]		36				

Patentansprüche

1. System zur Herstellung eines Ortschaums, bestehend aus den Komponenten
 - 5 50 bis 98 Gew.-% ein oder mehrere anorganische Füllstoffe A),
1 bis 48 Gew.-% ein oder mehrere wasserlösliche, kationische Polymere B)
0,5 bis 48 Gew.-% ein oder mehrere Tenside C)
0,01 bis 5 Gew.-% ein oder mehrere mit den Polymeren B) reaktionsfähige Vernetzer D)
0 bis 20 Gew.-% ein oder mehrere Additive E),
10 wobei sich die Gewichtsprozentage von den Komponenten A) bis E) auf die nichtwässrigen
Anteile beziehen und die Summe aus A) bis E) 100 Gew.-% ergeben.
- 15 2. System nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es als kationisches Polymer ein
Polyvinylamin oder ein Poly(vinylamin-vinylformamid)-Copolymer enthält.
3. System nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet dass es als Tensid C) eine
Mischung aus anionischem und nichtionischem Tensid enthält.
- 20 4. System nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es als Vernet-
zer D) ein Dialdehyd enthält.
5. System nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass als anorgani-
sche Füllstoffe A) Calciumsulfat, Aluminiumsilikate oder Mischungen davon eingesetzt
25 werden.
6. Verfahren zur Herstellung eines Ortschaums unter Verwendung der Komponenten des
Systems gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5 und Aufschäumen mit einem Gas oder ei-
ner Gasmischung.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass aus den Komponenten A) bis
D) eine wässrige Suspension mit einem Feststoffgehalt im Bereich von 30 bis 50 Gew.-%
hergestellt wird und durch Eintragen von Druckluft mit einem Druck im Bereich von 100
bis 2000 kPa aufgeschäumt wird.
- 35 8. Verfahren nach Anspruch 6 umfassend die Stufen
 - (a) Eintragen eines Gases oder einer Gasmischung in eine wässrige Lösung oder
Suspension, die mindestens die Komponente C) enthält,
 - 40 (b) gegebenenfalls Einmischen weiterer Komponenten A) bis E) zusammen oder ge-
trennt über ein oder mehrere Mischelemente,

- (c) Aufschäumen der wässrigen Suspension, die mindestens die Komponenten A) bis C) enthält,
- (d) gegebenenfalls Zugabe der Komponente D),
- (e) Trocknung auf einen Wassergehalt unter 0,5 Gew.-%.

5

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass in Stufe (a) Druckluft mit einem Druck im Bereich von 100 bis 2000 kPa eingetragen wird.

10

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrige Suspension in Stufe (c) einen Feststoffgehalt im Bereich von 30 bis 50 Gew.-% aufweist.

11. Ortschaum, welcher an Luft bei 20°C innerhalb eines Zeitraums im Bereich von 5 bis 50 sec nach dem Aufschäumen schnittfest ist, erhältlich nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 10.

15

12. Ortschaum nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass er eine Dichte im Bereich von 10 bis 300 kg/m³ aufweist.

20

13. Ortsschaum nach Anspruch 10 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass er einen Brennwert kleiner als 3,0 MJ/kg aufweist.

14. Verwendung des Ortschaums nach einem der Ansprüche 10 bis 13 zur Wärmedämmung.

25

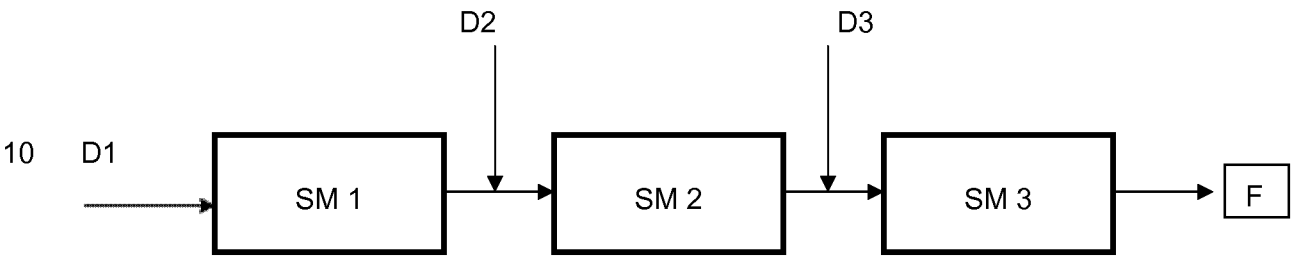
15. Verwendung des Ortschaums nach einem der Ansprüche 10 bis 13 zum Ausfüllen von Hohlräumen und Hohlkörpern.

16. Verwendung des Ortschaums nach einem der Ansprüche 10 bis 13 als Brandriegel oder Teil eines Brandriegels.

30

Fig. 1

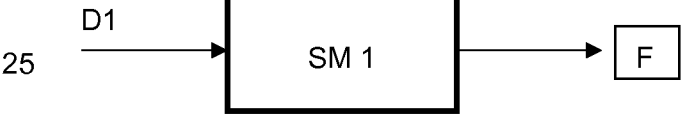
5



15

20

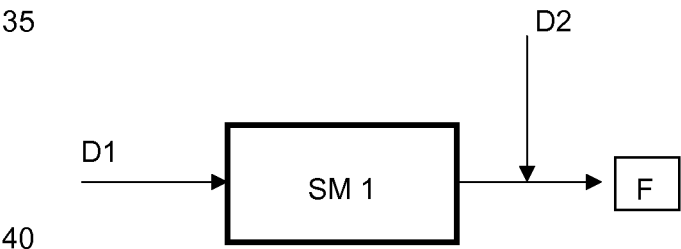
Fig. 2



30

Fig. 3

35



40

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2013/068996

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C04B38/00 C04B38/10 C08J9/00 C08J9/04 C08J9/12
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B C08J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/133046 A1 (BASF SE [DE]; ULANOVA TATIANA [DE]; HAHN KLAUS [DE]; MOECK CHRISTOF [D] 5 November 2009 (2009-11-05) the whole document -----	1,6,11, 14-16
A	WO 2009/109537 A1 (BASF SE [DE]; HAHN KLAUS [DE]; ALTEHELD ARMIN [DE]; NEHLS BENJAMIN [DE] 11 September 2009 (2009-09-11) page 8, lines 37-39; claims 1-10 -----	1-16
X	WO 2011/051170 A1 (BASF SE [DE]; ULANOVA TATIANA [DE]; BAUMGARTL HORST [DE]; HAHN KLAUS [] 5 May 2011 (2011-05-05) the whole document -----	1,6,11, 14-16



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

2 December 2013

Date of mailing of the international search report

09/12/2013

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Clement, Silvia

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2013/068996

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2009133046	A1	05-11-2009	AT 555070 T 15-05-2012
		CN 102015580 A 13-04-2011	
		EP 2271596 A1 12-01-2011	
		ES 2382525 T3 11-06-2012	
		JP 2011518755 A 30-06-2011	
		KR 20110009185 A 27-01-2011	
		US 2011049411 A1 03-03-2011	
		WO 2009133046 A1 05-11-2009	
WO 2009109537	A1	11-09-2009	AU 2009221166 A1 11-09-2009
		CN 102089259 A 08-06-2011	
		EP 2262750 A1 22-12-2010	
		KR 20110002019 A 06-01-2011	
		RU 2010140203 A 10-04-2012	
		US 2011034571 A1 10-02-2011	
		WO 2009109537 A1 11-09-2009	
WO 2011051170	A1	05-05-2011	CA 2778653 A1 05-05-2011
		CN 102596854 A 18-07-2012	
		EP 2493833 A1 05-09-2012	
		JP 2013508524 A 07-03-2013	
		KR 20120101409 A 13-09-2012	
		US 2012208910 A1 16-08-2012	
		WO 2011051170 A1 05-05-2011	

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES		
INV.	C04B38/00	C04B38/10
ADD.	C08J9/00	C08J9/04
		C08J9/12
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)		
C04B C08J		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)		
EPO-Internal		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 2009/133046 A1 (BASF SE [DE]; ULANOVA TATIANA [DE]; HAHN KLAUS [DE]; MOECK CHRISTOF [D]) 5. November 2009 (2009-11-05) das ganze Dokument	1,6,11, 14-16
A	WO 2009/109537 A1 (BASF SE [DE]; HAHN KLAUS [DE]; ALTEHELD ARMIN [DE]; NEHLS BENJAMIN [DE]) 11. September 2009 (2009-09-11) Seite 8, Zeilen 37-39; Ansprüche 1-10	1-16
X	WO 2011/051170 A1 (BASF SE [DE]; ULANOVA TATIANA [DE]; BAUMGARTL HORST [DE]; HAHN KLAUS [D]) 5. Mai 2011 (2011-05-05) das ganze Dokument	1,6,11, 14-16
☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
2. Dezember 2013		09/12/2013
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Clement, Silvia

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2013/068996

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie			Datum der Veröffentlichung
WO 2009133046	A1	05-11-2009	AT	555070	T	15-05-2012
			CN	102015580	A	13-04-2011
			EP	2271596	A1	12-01-2011
			ES	2382525	T3	11-06-2012
			JP	2011518755	A	30-06-2011
			KR	20110009185	A	27-01-2011
			US	2011049411	A1	03-03-2011
			WO	2009133046	A1	05-11-2009

WO 2009109537	A1	11-09-2009	AU	2009221166	A1	11-09-2009
			CN	102089259	A	08-06-2011
			EP	2262750	A1	22-12-2010
			KR	20110002019	A	06-01-2011
			RU	2010140203	A	10-04-2012
			US	2011034571	A1	10-02-2011
			WO	2009109537	A1	11-09-2009

WO 2011051170	A1	05-05-2011	CA	2778653	A1	05-05-2011
			CN	102596854	A	18-07-2012
			EP	2493833	A1	05-09-2012
			JP	2013508524	A	07-03-2013
			KR	20120101409	A	13-09-2012
			US	2012208910	A1	16-08-2012
			WO	2011051170	A1	05-05-2011
