



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК
C03C 25/36 (2006.01)
C08J 5/24 (2006.01)
E04B 1/74 (2006.01)
E04B 1/76 (2006.01)
E04B 1/82 (2006.01)
C03C 13/06 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006119454/04, 22.10.2004

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.10.2004(30) Конвенционный приоритет:
05.11.2003 FR 0312973

(43) Дата публикации заявки: 27.12.2007

(45) Опубликовано: 20.04.2009 Бюл. № 11

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: EP 0369848 A1, 23.05.1990. US 39018833
A, 26.08.1975. GB 1587270 A, 01.04.1981. SU
84391 A, 15.06.1949. ЭНЦИКЛОПЕДИЯ
ПОЛИМЕРОВ. - М.: Советская
энциклопедия, 1977, т.3, с.999-1001. RU
20078882 C1, 10.05.1997. US 3679645 A,
25.07.1972.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: 05.06.2006(86) Заявка РСТ:
FR 2004/050530 (22.10.2004)(87) Публикация РСТ:
WO 2005/044750 (19.05.2005)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной, рег. № 517

(72) Автор(ы):

ЭСПИАР Филипп (FR),
ЛЕЗЬЕР Изабель (FR),
МАЕКС Брюно (FR)

(73) Патентообладатель(и):

СЭН-ГОБЭН ИЗОВЕР (FR)

(54) АППРЕТИРУЮЩИЙ СОСТАВ ДЛЯ ИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ВОЛОКОН И ПОЛУЧЕННЫЕ ПРОДУКТЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии
получения изоляционных материалов, в
частности к аппретирующим составам на
основе минерального волокна, содержащим
эпоксидную смолу типа простого
глицидилового эфира, аминоксодержащий

отвердитель и ускоритель - имидазол,
имидазолин, их смесь. Изготовленные таким
образом теплоизоляционные и/или
звукоизоляционные материалы обладают
улучшенными механическими свойствами
после старения, в частности, во влажной среде.
4 н. и 13 з.п. ф-лы, 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C03C 25/36 (2006.01)*C08J 5/24* (2006.01)*E04B 1/74* (2006.01)*E04B 1/76* (2006.01)*E04B 1/82* (2006.01)*C03C 13/06* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2006119454/04, 22.10.2004**(24) Effective date for property rights:
22.10.2004(30) Priority:
05.11.2003 FR 0312973(43) Application published: **27.12.2007**(45) Date of publication: **20.04.2009 Bull. 11**(85) Commencement of national phase: **05.06.2006**(86) PCT application:
FR 2004/050530 (22.10.2004)(87) PCT publication:
WO 2005/044750 (19.05.2005)

Mail address:
**129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. E.E.Nazinoj, reg. № 517**

(72) Inventor(s):

EhSPIAR Filipp (FR),**LEZ'ER Izabel' (FR),****MAEKS Brjuno (FR)**

(73) Proprietor(s):

SEhN-GOBEhN IZOVER (FR)**(54) DRESSING COMPOSITION FOR INSULATING MATERIAL BASED ON MINERAL FIBRES AND OBTAINED PRODUCTS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to dressing compositions based on mineral fibre, containing epoxy resin of glycidyl ether type, amino-containing

hardener and accelerator-imidazol, imidazoline, their mixture.

EFFECT: improved mechanical properties of materials after aging.

17 cl, 1 tbl, 1 ex

Настоящее изобретение относится к изготовлению изоляционных материалов, в частности, теплоизоляционных и/или звукоизоляционных, на основе минеральных волокон. Точнее оно касается улучшенного аппретирующего состава на основе эпоксидной смолы, позволяющего увеличить механическую прочность после старения таких материалов, в частности, во влажной среде.

Изоляционные материалы на основе минеральных волокон, в частности стекловаты или минеральной шерсти, находятся, обычно, в форме более или менее твердых панелей, кокилей, намотанных войлоков или покрывал. Они предназначены, в частности, для теплоизоляции и/или звукоизоляции зданий.

Изготовление упомянутых материалов включает в себя первую стадию изготовления самого минерального волокна, в частности, известным способом центробежного вытягивания, в котором расплав минерального материала превращают в волокна, и стадию формования, на которой волокна вытягивают и увлекают к приемному приспособлению при помощи газового потока, имеющего высокие скорость и температуру, для того, чтобы сформировать на нем слой. Для того чтобы обеспечить сцепление слоя, на волокна во время ее перемещения к приемному приспособлению разбрызгивают аппретирующий состав, который содержит термоотверждаемую смолу. Полученный таким образом слой подвергают затем термообработке в сушильном шкафу для того, чтобы отвердить смолу и получить материал, обладающий желаемыми свойствами, такими как стабильность размеров, прочность на растяжение, на отрыв и при штамповании, восстановление толщины после сжатия и равномерная окраска.

В изоляционном материале функцией связующего является соединение волокон между собой, оно должно прилично прилипать к стеклу и равномерно распределяться по волокнам для того, чтобы повторно встретиться предпочтительно в точках соединения между волокнами и дать возможность получить эластичный волокнистый слой.

Таким образом, аппретирующий состав распыляют, предпочтительно когда волокна еще являются одиночными, то есть перед образованием слоя. Соответственно, аппрет распыляют в вытяжном колпаке, принимающем волокна, ниже горелок, генерирующих вытягивающий газовый поток. Отсюда следует запрет на использование для аппретирующих составов горючих и/или загрязняющих окружающую среду органических растворителей, так как опасность воспламенения и/или загрязнения в приемном вытяжном колпаке является слишком значительной.

Кроме того, смола, служащая связующим, если она не должна полимеризоваться слишком быстро до формирования слоя, должна также иметь не слишком продолжительное время полимеризации. Регулируя упомянутое время, избегают таким образом опасностей предварительного гелеобразования и создают возможность того, что время полимеризации остается совместимым с высокими скоростями изготовления, в частности, делая таким образом, чтобы связующее было полностью отверждено после обработки в сушильном шкафу при высокой температуре (порядка 260°C).

Наиболее употребительные аппреты содержат термоотверждаемую смолу типа резолы, полученную конденсацией фенола и формальдегида или эквивалентов в присутствии ускорителя основного характера, воду в качестве разбавителя, мочевины, которая служит для уменьшения содержания свободного формальдегида и действует также как связующее, и различные добавки, такие как аммиак, масло, агенты, способствующие сцеплению со стеклом, красители и в случае необходимости

наполнители.

Если упомянутый тип аппрета позволяет получить высокий уровень механических характеристик, то его получение, в частности, во время обработки в сушильном шкафу, сопровождается возникновением выбросов нежелательных газообразных
5 продуктов, например формальдегида, аммиака и других летучих органических веществ.

Чтобы сгладить упомянутое неудобство, были предложены аппреты на основе эпоксидной смолы типа простого глицидилового эфира и нелетучего
10 аминоксодержащего отвердителя (смотри EP-A-0369848 и FR 02/08873). Данное решение позволяет с высокой чувствительностью снизить выбросы как на уровне изготовления изоляционного материала, так как полная полимеризация может быть осуществлена при более низкой температуре (порядка 220°C), так и при его
15 использовании при высоких температурах, выше 150°C и вплоть до 700°C.

Если важно, чтобы механические свойства изоляционного материала были бы удовлетворительными после изготовления и до его использования для того, чтобы
удобств обеспечить хорошие условия его размещения на строительной площадке, равным образом желательно, чтобы они были сохранены в течение некоторого времени после
20 помещения материала на место для того, чтобы гарантировать ему достаточный срок службы.

Большей частью, изоляционные материалы во время их старения подвергаются воздействию температурных циклов более или менее высокой амплитуды и переменным
25 условиям конденсации, которые приводят к тому, что они подвергаются воздействию влаги, что влечет за собой потерю их механических свойств. Упомянутые потери могут быть значительными, когда минеральное волокно является, в частности, чувствительной к воде, например, когда она представляет собой минеральную шерсть, способную растворяться в физиологической среде.

Задача изобретения состоит в устранении упомянутых неудобств и улучшении механической прочности после старения, в частности, во влажной среде,
30 изоляционных материалов на основе минеральных волокон, снабженной эпоксидным связующим, другими словами, в предоставлении возможности уменьшения потерь механических свойств упомянутых материалов после старения, в частности, во
35 влажной среде.

Указанная задача решается, согласно изобретению, благодаря аппретирующему составу на основе эпоксидной смолы типа простого глицидилового эфира и
40 аминоксодержащего отвердителя, причем упомянутый состав отличается тем, что он содержит, кроме того, ускоритель, выбранный из имидазолов, имидазолинов и их смесей.

Термин «ускоритель» имеет здесь значение обычное в области химии и означает соединение, позволяющее увеличить скорость реакции между эпоксидной смолой и
аминоксодержащим отвердителем.

Аппретирование замечательным образом позволяет уменьшить потери свойств после старения, в частности, влажного, по сравнению с подобным материалом, не
45 содержащим ускорителя, без значительного изменения упомянутых свойств непосредственно после изготовления.

Другой предмет настоящего изобретения касается способа изготовления изоляционного материала с применением вышеупомянутого аппретирующего состава.

Кроме того, предметом изобретения являются изоляционные материалы, покрытые вышеупомянутым аппретирующим составом.

Эпоксидную смолу согласно изобретению получают реакцией эпихлоргидрина и спирта. Предпочтительно спирт представляет собой многоатомный спирт, содержащий, по меньшей мере, 2 гидроксильные группы и самое большее 100 гидроксильных групп в молекуле, предпочтительно самое большее 50 и еще лучше самое большее 10 гидроксильных групп. Особенно предпочтительным образом спирт представляет собой двухатомный спирт.

Предпочтительно смола имеет величину ВЭЭ (EEW) (вес эпоксидного эквивалента), соответствующую массе смолы в граммах, содержащей 1 грамм-эквивалент эпоксидных групп, находящуюся в интервале от 150 до 2000, предпочтительно от 160 до 700 и еще лучше самое большее равную 300. Такая смола обладает тем преимуществом, что генерирует малое количество нежелательных выбросов во время изготовления волокон и последующей обработки в сушильном шкафу и в то же время остается совместимой с известными способами распыления аппрета на волокна с целью получения изоляционных материалов.

Снова предпочтительно смола имеет функциональность (число эпоксидных групп на молекулу) по меньшей мере равную 2 и предпочтительно меньше 10.

Эпоксидная смола согласно изобретению может быть диспергирована в воде или может быть эмульгирована в присутствии эмульгатора или диспергирующего агента. В действительности необходимо, чтобы смола обладала по меньшей мере одним из упомянутых свойств для того, чтобы аппретирующий состав мог бы быть распылен в хороших условиях. В этом отношении способность к распылению обусловлена разбавляемостью смолы водой, которую определяют следующим образом: разбавляемость водой эмульсии или дисперсии эпоксидной смолы представляет собой объем деионизированной воды, который можно при данной температуре добавить к единице объема упомянутого состава до «разрушения» эмульсии или дисперсии, то есть до дестабилизации вышеупомянутой эмульсии или дисперсии или до разделения фаз. Разбавляемость водой смолы, подходящей для использования в аппретирующем составе, пригодном для распыления, предпочтительно, по меньшей мере, равна 500% при 20°C, предпочтительно 1000%.

Предпочтительно эпоксидную смолу выбирают из смол, образующихся в результате реакции между эпихлоргидрином и бисфенолом А, бисфенолом F, полиэтиленгликолями, глицерином, пентаэритритом, и новолачных смол и смесей указанных смол. Смолы, полученные реакцией между эпихлоргидрином и бисфенолом А, являются особенно предпочтительными.

В качестве примера таких смол можно назвать:

- смолы в виде водной эмульсии, поставляемые в продажу фирмой RESOLUTION под названием Epi-Res[®] 5003-w-55 (EEW = 195-215), Epi-Res[®] 3510-w-60 (EEW = 185-215), Epi-Res[®] 3515-w-60 (EEW = 225-275) Epi-Res[®] 3522-w-60 (EEW = 615-715);

- смолы, эмульгируемые в воде, поставляемые в продажу фирмой RESOLUTION под названием Epikote[®] 828 (EEW = 184-190) и Epikote[®] 255 (EEW = 193-205) или фирмой DOW CHEMICAL под названием DER 330 (EEW = 176-185) или DER 331 (EEW = 182-192).

В аппретирующий состав могут быть добавлены другие эпоксидные соединения типа простого глицидилового эфира. В качестве примера можно назвать эпоксидированные алифатические соединения и эпоксидированные жирные спирты, используемые, в частности, для того, чтобы адаптировать вязкость аппрета, и эпоксидные смолы типа галогенированных простых глицидиловых эфиров, в частности, дибромфенильных производных простых глицидиловых эфиров, такие как

дибромфенилглицидиловый эфир, 2-метил-4,6-дибромфенилглицидиловый эфир, 4-метил-2,6-дибромфенилглицидиловый эфир и 4-кумил-2,6-дибромфенилглицидиловый эфир, которые позволяют, в частности, придать продукту лучшую устойчивость при высоких температурах. Содержание вышеупомянутых соединений составляет обычно меньше 30% от массы эпоксидной смолы, предпочтительно меньше 10%.

Аминосодержащий отвердитель согласно изобретению выбирают обычно из алифатических полиаминов, таких как диэтилентриамин (ДЭТА) (DETA), триэтилентетрамин (ТЭТА) (TETA), тетраэтиленпентамин (ТЭПА) (TEPA) и полигликольдиаминов, циклоалифатических полиаминов, таких как 1,3-бис(аминометил)циклогексан, 4,4-диаминоциклогексилметан, метилендиамин и 2,4-диаминоциклогексанол, ароматических полиаминов, таких как м-фенилендиамин, м-ксилилендиамин, диэтилтолуолдиамин, диаминодифенилсульфон и дициандиамин.

Количество аминосодержащего отвердителя, которое необходимо ввести в аппретирующий состав, зависит от числа реакционноспособных аминогрупп, которые содержит молекула.

Предпочтительно отвердитель имеет эквивалентную массу амин/Н, определяемую как отношение молекулярной массы амина к числу активных атомов водорода, которая находится в интервале от 20 до 300. Предпочтительно отвердитель вводят в стехиометрическом количестве по отношению к смоле для того, чтобы избежать избытка отвердителя, который может привести к выбросу летучих продуктов на уровне ленточного конвейера, принимающего волокна, и/или сушильного шкафа.

Также предпочтительно отвердитель является нелетучим, то есть в условиях распыления он не способен к самовоспламенению. Предпочтительно температура вспышки отвердителя больше 150°C и еще лучше больше 180°C.

Аппретирующий состав дополнительно содержит ускоритель, выбранный из имидазолов, имидазолинов и их смесей. Выбор ускорителя из ограниченного семейства соединений позволяет достичь успехов в терминах устойчивости при старении, в частности, во влажной среде.

В качестве примеров имидазолов можно назвать имидазол, 1-метилимидазол, 2-метилимидазол, 2-фенилимидазол, 2-этил-4-метилимидазол и 4,4'-метиленис(2-этил-5-метилимидазол).

В качестве примера имидазолина можно назвать 2-этил-N-фенилимидазолин.

Предпочтительно используют 2-метилимидазол.

Обычно ускоритель вводят в аппретирующий состав из расчета от 0,1 до 5 массовых частей сухого вещества на 100 массовых частей в расчете на сухое вещество эпоксидной смолы и отвердителя, предпочтительно от 0,5 до 3 частей и еще лучше от 0,5 до 2 частей.

Аппретирующий состав может дополнительно содержать на 100 массовых частей смолы и отвердителя в расчете на сухое вещество следующие добавки:

- от 0 до 2 частей связывающего вещества, такого как силан, предпочтительно порядка 0,5 части,

- от 0 до 20 частей масла, предпочтительно от 6 до 15 частей.

Хорошо известная роль вышеупомянутых добавок кратко изложена ниже:

- вода выполняет функцию смазывающего вещества, позволяет подобрать вязкость к условиям распыления, охладить волокна и ограничить явления предварительного гелеобразования;

- связующее вещество обеспечивает связь между минеральным волокном и

полимеризованным связующим; оно позволяет усилить механические свойства и вносит вклад в улучшение устойчивости при старении; силан представляет собой обычно аminosилан, предпочтительно γ -аминопропилтриэтоксисилан;

- масло обеспечивает смазку волокон, позволяет уменьшить количество частиц пыли, которые могут образовываться при манипулировании с конечными продуктами (например, изоляционными слоями), и улучшает ощущение на ощупь; обычно оно является инертным по отношению к другим компонентам и пригодно для эмульгирования в воде; чаще всего оно представляет собой масло, состоящее из углеводов, экстрагированных из нефти.

Равным образом, предметом изобретения является способ изготовления теплоизоляционного и/или звукоизоляционного материала на основе минерального волокна, снабженного эпоксидным связующим, обладающего лучшей механической прочностью после старения, в частности, во влажной среде, согласно которому:

а) исходя из расплава минерального материала, получают минеральные волокна, б) распыляют на волокна, полученные согласно а), аппретирующий состав, содержащий эпоксидную смолу типа простого глицидилового эфира, аминоксодержащий отвердитель и ускоритель, выбранный из имидазолов, имидазолинов и их смесей,

в) собирают волокна в форме слоя и г) подвергают слой термообработке при температуре меньше приблизительно 260°C , предпочтительно порядка $220\text{--}240^{\circ}\text{C}$.

Обычно необходимо, чтобы аппретирующий состав имел срок службы ("pot life" по-английски), совместимый с условиями распыления, и чтобы он не отвердевал до придания ему формы слоя. Это означает, другими словами, что предварительное гелеобразование аппрета должно быть как можно более незначительным.

Ввиду того, что скорость реакции между аминогруппами отвердителя и эпоксидными группами очень быстро возрастает в присутствии ускорителя, приготовления аппрета смешиванием, даже непосредственно перед самым употреблением эпоксидной смолы, аминоксодержащего отвердителя, ускорителя и в случае необходимости добавок предварительно распылению следует избегать для того, чтобы предотвратить любую опасность на уровне забивания распылительной ramпы.

Предпочитают осуществлять распыление аппрета на волокна согласно двум следующим вариантам осуществления.

В первом варианте осуществления ускоритель смешивают с другими компонентами аппрета предпочтительно выше распылительной ramпы и как можно позднее и наносят аппрет на минеральное волокно обычным способом. Данная форма осуществления выгодна, когда скорость реакции эпоксидной смолы и аминоксодержащего отвердителя достаточно низкая и не влечет за собой преждевременного гелеобразования, которое может привести к полному или частичному забиванию средств распыления.

Согласно первому варианту ускоритель вводят в смесь других компонентов аппрета, при этом упомянутые компоненты могут быть поданы отдельно или могут быть предварительно смешаны (предварительное смешивание). Предпочитают вводить ускоритель в предварительную смесь, содержащую совокупность других компонентов аппрета.

Согласно второму варианту готовят первую смесь ускорителя и аминоксодержащего отвердителя и вторую смесь эпоксидной смолы и других компонентов аппрета, затем

вышеупомянутые первую и вторую смеси вводят перед распылительной рампой.

Во втором предпочтительном варианте осуществления, приемлемом даже когда реакционная способность аппрета низкая, ускоритель наносят отдельно от распыления других компонентов аппрета на волокна. Например, можно распылять ускоритель в водной фазе вблизи от рампы для распыления других компонентов аппрета, в частности, размещая две распылительные рампы на пути минеральных волокон в направлении принимающего приспособления, при этом одна рампа (предпочтительно первая по направлению поступательного движения ваты) распыляет ускоритель, а вторая распыляет другие компоненты аппрета.

Изоляционные материалы, полученные согласно одной или другой форме осуществления, которые равным образом представляют собой предмет изобретения, содержат от 0,5 до 15%, предпочтительно от 1 до 12 мас.% полимеризованного связующего по отношению к общей массе минеральных волокон. В его сшитой форме связующее представляет собой твердое вещество, неплавкое и нерастворимое в воде.

Полученные продукты, если не был добавлен никакой краситель, белого цвета.

Полученные изоляционные материалы могут иметь вид слоя или покрывала. Они могут находиться в форме панели переменной твердости, кокиля или намотки (войлок или покрывало). В необязательных случаях, по меньшей мере, одна из их поверхностей покрыта слоем или пленкой, обеспечивающими защиту минеральной шерсти, например, покрывалом из минеральных волокон, предпочтительно из стекловолокна или листом крафт-бумаги. Особенно предпочтительно покрывало из волокон имеет поверхностную плотность в диапазоне от 10 до 300 г/м² и содержит по меньшей мере 1 мас.%, предпочтительно по меньшей мере 2 мас.%. И преимущественно по меньшей мере 4 мас.% полимеризованного связующего, полученного исходя из аппрета согласно изобретению.

Материалы, полученные в рамках настоящего изобретения, предназначены, в частности, для теплоизоляционных и/или звукоизоляционных материалов, в частности, для строительства и применений, требующих значительной стойкости при высоких температурах (промышленные кокили и бытовые печи). Равным образом они могут служить субстратами для выращивания растений без грунта.

Следующие примеры, не носящие ограничительного характера, служат для иллюстрации изобретения.

Пример

Получают стекловату способом внутреннего центрифугирования, в котором расплавленный стеклообразующий состав превращают в волокна при помощи инструмента, называемого центробежной тарелкой, содержащего чан, образующий приемную камеру для расплавленного состава, и периферическую полосу, в которой просверлено множество отверстий; тарелку приводят во вращение вокруг ее оси симметрии, расположенной вертикально, состав выбрасывается через отверстия под действием центробежной силы, и материал, вытекающий через отверстия, вытягивают в волокна при содействии вытягивающего потока газа.

Обычно рампу для распыления аппрета размещают ниже тарелки для получения волокон таким образом, чтобы равномерно распределить аппретирующий состав по стекловате, которая должна быть образована.

Аппретированную таким образом стекловату собирают на ленточный конвейер, снабженный внутренними всасывающими камерами, которые удерживают минеральную шерсть в форме войлока или слоя на поверхности конвейера. Конвейер движется затем в сушильный шкаф, поддерживаемый при 220°C, где аппретирующая

смола полимеризуется с образованием связующего.

Аппретирующий состав следующий:

эпоксидная смола типа простого глицидилового эфира	85 частей
Epi-Res® 3510-W-60; RESOLUTION	
отвердитель: тетраэтиленпентамин (ТЭПА)	15 частей
ускоритель: 2-метилимидазол	1 часть
связующее вещество: Silquest® A1100; CROMPTON	0,5 части
масло: Mulrex®88; MOBIL	9,5 частей

Аппретирующий состав распыляют в следующих условиях: готовят первую смесь, содержащую смолу, связывающее вещество и масло, и вторую смесь, содержащую отвердитель и ускоритель. Упомянутые две смеси отдельно подают к распылительной головке и объединяют непосредственно перед их введением в вышеупомянутую головку. Производительность распыления подбирают такой, чтобы нанести порядка 5 мас.% сухого вещества по отношению к массе стекловаты.

Два сравнительных испытания осуществляют с аппретом, не содержащим ускорителя, при этом первый обрабатывают в сушильном шкафу при 220°C (эталон 1) и второй - при температуре 260°C (эталон 2).

Другое сравнительное испытание осуществляют, кроме того, с аппретом, содержащим 2,4,6-три(диметиламинометил)фенол в качестве ускорителя (эталон 3).

На полученном материале измеряют прочность на растяжение после изготовления ($PR_{изг}$) (RT_{fab}) и после ускоренного старения в автоклаве при температуре 105°C и относительной влажности 100% в течение 15 минут (PR15) (RT15) или 45 минут (PR45) (RT45).

Прочность на растяжение PR (RT) измеряют согласно стандарту ASTM C686-71T на образце, вырубленном из изоляционного материала штамповкой. Образец имеет форму кольца длиной 122 мм, шириной 46 мм, радиус кривизны вырубki наружного края равен 38 мм и радиус кривизны вырубki внутреннего края равен 12,5 мм.

Образец помещают между двумя цилиндрическими зажимными патронами испытательной машины, один из которых является подвижным и перемещается с постоянной скоростью. Измеряют усилие разрыва F (в грамм-сила) образца и вычисляют прочность на растяжение PR, определяемую отношением усилия разрыва F к массе образца.

Результаты представлены в таблице 1, которая показывает для каждого испытания процент потери прочности на растяжение по отношению к исходному состоянию после изготовления и процент улушения по сравнению с эталоном без ускорителя (величина в скобках).

На полученном продукте измеряют восстановление толщины, которое позволяет оценить устойчивость размеров как хорошую. Действуют следующим образом: материал сжимают со степенью сжатия (определяется как отношение номинальной толщины к толщине при сжатии), равной 6/1 в течение 1, 12 и 30 дней. Восстановление толщины соответствует отношению толщины после сжатия к номинальной толщине (выраженному в %). Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1								
	$PR_{изг}$	PR15 (г-сила/г)	Потеря (%)	PR45 (г-сила/г)	Потеря (%)	Восстановление толщины (%)		
						1 д	12 д	30 д
Пример	302 (-4,4%)	204 (+25,9%)	32,5	167 (+51,8%)	44,7	140	138	137

Эталон 1	316	162	48,7	110	65,2	137	136	136
Эталон 2	300	159	47,0	120	60,0	140	137	136
Эталон 3	301]	147	51,1	110]	63,5	141	139	138
Эталон 4	327	253	22,2	208	36,0	143	137	137

Результаты таблицы 1 показывают, что материал согласно изобретению (пример) имеет прочность на разрыв, улучшенную по сравнению с эквивалентным материалом без ускорителя (эталон 1); процент потери после старения является менее значительным, что наблюдается после 15 или 45 минут обработки в автоклаве.

По сравнению с материалом без ускорителя улучшение прочности на растяжение на сильно состаренных материалах составляет 51,8%, что представляет очень существенное увеличение.

Отмечают, что присутствие катализатора не ухудшает свойства материалов согласно изобретению, что наблюдается на уровне прочности на растяжение после изготовления ($Pr_{изг}$) или восстановления толщины.

Не получают улучшения прочности на растяжение с обычным ускорителем эталона 3. Повышение температуры полимеризации (эталон 1) тоже не позволяет получить лучшую прочность на разрыв после старения. Для сравнения в таблице 1 указаны величины прочности на растяжение и восстановления толщины стандартного продукта, обработанного аппретом, включающим обычную фенолоформальдегидную смолу в сушильном шкафу при 260°C (эталон 4).

Аппрет имеет следующий состав (в массовых частях):

фенолоформальдегидная смола	55 частей
карбамид	45 частей
связующее вещество (Silquest® A 1100)	0,5 части
масло (Mulrex® 88)	9 частей
сульфат аммония	3 части
гидроксид аммония (20%-ный раствор)	6 частей

Фенольная смола относится к типу смол, описанных в EP-A-0148050.

Продукт согласно изобретению не имеет свойств, которые присущи материалу, который содержит фенольную смолу; тем не менее, он представляет собой хороший компромисс, так как он совмещает хорошую устойчивость при старении, в частности, во влажной среде, очень низкий уровень выбросов нежелательных газов (что не так в случае фенольных смол, которые выделяют формальдегид) и более низкое энергопотребление, благодаря использованию сушильных шкафов, работающих при более низкой температуре.

Формула изобретения

1. Аппретирующий состав для изоляционных материалов на основе минеральных волокон, в частности стекловаты или минеральной шерсти, содержащий эпоксидную смолу типа простого глицидилового эфира и аминоксодержащий отвердитель, отличающийся тем, что он дополнительно содержит ускоритель, выбранный из имидазолов, имидазолинов и их смесей.

2. Состав по п.1, отличающийся тем, что ускоритель представляет собой имидазол, 1-метиимидазол, 2-метиимидазол, 2-фенилимидазол,

2-этил-4-метилимидазол, 4,4'-метиленбис(2-этил-5-метилимидазол) и 2-этил-N-фенилимидазолин.

3. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что эпоксидная смола получена взаимодействием эпихлоргидрина и спирта, предпочтительно многоатомного спирта.

4. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что смола имеет величину ВЭЭ (EEW)-вес эпоксидного эквивалента, находящуюся в интервале от 150 до 2000, предпочтительно от 160 до 700 и еще лучше, самое большее, равную 300.

5. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что эпоксидная смола имеет разбавляемость водой при 20°C, по меньшей мере, равную 500%, предпочтительно 1000%.

6. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что отвердитель выбран из алифатических полиаминов, таких как диэтилентриамин, триэтилентетрамин, тетраэтиленпентамин, и полигликольдиаминов, циклоалифатических полиаминов, таких как 1,3-бис(аминометил)циклогексан, 4,4-диаминоциклогексилметан, метилендиамин и 2,4-диаминоциклогексанола, ароматических полиаминов, таких как м-фенилендиамин, м-ксилилендиамин, диэтилтолуолдиамин, диаминодифенилсульфон и дициандиамин.

7. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что он содержит ускоритель из расчета от 0,1 до 5 мас.ч. в расчете на сухой продукт, на 100 мас.ч. в расчете на сухой продукт эпоксидной смолы и отвердителя.

8. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что отвердитель имеет эквивалентную массу амин/Н, находящуюся в интервале от 20 до 300.

9. Состав по п.1 или 2, отличающийся тем, что он дополнительно содержит на 100 мас.ч. смолы и отвердителя, в расчете на сухое вещество, следующие добавки:

от 0 до 2 ч. связывающего вещества, такого как силан, предпочтительно порядка 0,5 ч.,

от 0 до 20 ч. масла, предпочтительно от 6 до 15 ч.

10. Способ изготовления теплоизоляционного и/или звукоизоляционного материала на основе минерального волокна, согласно которому:

а) получают минеральные волокна, исходя из расплава минерального материала,

б) распыляют на волокна, полученные согласно а), аппретирующий состав по

одному из пп.1-9,

с) собирают волокна в форме слоя и

д) подвергают слой термообработке при температуре ниже 260°C, предпочтительно порядка 220-240°C.

11. Способ по п.10, отличающийся тем, что перед распылением на волокна ускоритель смешивают с другими компонентами аппрета.

12. Способ по п.10, отличающийся тем, что ускоритель наносят отдельно от распыления других компонентов аппрета на волокна.

13. Теплоизоляционный и/или звукоизоляционный материал на основе минеральных волокон, в частности стекловаты или минеральной шерсти, предусматривающий аппретирующий состав по одному из пп.1-9.

14. Материал по п.13, отличающийся тем, что общая масса полимеризованного связующего составляет от 0,5 до 15% от общей массы минеральных волокон, предпочтительно от 1 до 12%.

15. Материал по п.13 или 14, отличающийся тем, что он дополнительно содержит покрывало из минеральных волокон, в частности из стекловолокна, имеющее поверхностную плотность в диапазоне от 10 до 300 г/м², нанесенное, по меньшей

мере, на одну из внешних поверхностей вышеупомянутого материала, причем вышеупомянутое покрывало содержит, по меньшей мере, 1 мас.% полимеризованного связующего, полученного, исходя из аппрета по одному из пп.1-9.

5 16. Применение аппретирующего состава по одному из пп.1-9 для улучшения механической прочности после старения, в частности во влажной среде, изоляционных материалов на основе минерального волокна.

17. Применение по п.16, отличающееся тем, что минеральное волокно представляет собой стекловату или минеральную шерсть.

10

15

20

25

30

35

40

45

50