

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 244630 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **439155**

(22) Data zgłoszenia: **2021.10.08**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.04.11 BUP 15/2023**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2024.02.19 WUP 08/2024**

(51) MKP:

C08G 18/08 (2006.01)

C08K 9/00 (2006.01)

C08L 75/04 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź, PL

(72) Twórca(-y) wynalazku:

SYLWIA CZŁONKA, Bełchatów, PL

KAROLINA MIEDZIŃSKA, Łódź, PL

ANNA STRĄKOWSKA, Łódź, PL

KRZYSZTOF STRZELEC, Brzeziny, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Ewa Kaczur-Kaczyńska, Łódź, PL

(54) Tytuł:

Kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności

PL 244630 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, przeznaczona na materiał izolacyjny stosowany w budownictwie.

W ostatnim czasie prowadzone są intensywne badania nad poszukiwaniem nowych rozwiązań, mających na celu poprawę właściwości mechanicznych i użytkowych sztywnych pianek poliuretanowych, w tym poprawę odporności na ogień. Coraz większą uwagę kieruje się na zastosowanie różnego rodzaju napełniaczy tych pianek. Korzystnym okazuje się zastosowanie napełniacza w postaci celulozy pozyskiwanej z materiałów odpadowych. Dzięki swoim unikalnym właściwościom, w tym dużej wytrzymałości mechanicznej i małej gęstości, odpady celulozowe z powodzeniem mogą pełnić funkcję wzmacniającą, prowadząc do otrzymania kompozycji na piankę o pożądanych właściwościach użytkowych. Jednak zastosowanie włókien roślinnych w charakterze wzmocnienia polimerów jest ograniczone ich małą odpornością termiczną – graniczna temperatura użycia naturalnych włókien lignocelulozowych wynosi 230°C i po jej przekroczeniu następuje pogorszenie ich właściwości wytrzymałościowych. Fakt ten powoduje ograniczenie rodzajów polimerów, które można wzmacniać takimi włóknami, jak również warunków przetwarzania i eksploatacji uzyskanych kompozytów. Istotny problem związany z przydatnością włókien lignocelulozowych stanowi także duża palność tych włókien, które po wprowadzeniu do kompozytu znacząco zwiększają jego palność. W celu poprawy właściwości termicznych oraz zmniejszenia palności włókien, włókna poddaje się różnym rodzajom modyfikacji fizycznej i chemicznej. Wartościową modyfikacją fizyczną jest między innymi wysokoenergetyczny proces mielenia umożliwiający efektywną funkcjonalizację powierzchniową wykorzystywanych napełniaczy.

Z opisu zgłoszenia patentowego P. 436751 jest znana kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, na bazie polioliu, zawierająca na 100 części wagowych polioliu 120 części wagowych 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu, 14 części wagowych antypirenu, 0,2 części wagowe katalizatora oraz jako napełniacz włókna kokosa zmielone na nanocząstki w procesie wysokoenergetycznego mielenia oraz zmodyfikowane naturalnym uniepalniaczem w postaci kaolinu dodanym w ilości 120 części wagowych / 100 części wagowych zmielonych włókien kokosa, użyte w ilości 1–5 części wagowych na 100 części wagowych polioliu.

W opisie zgłoszenia patentowego P. 437334 ujawniono kompozycję do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, na bazie polioliu, zawierającą na 100 części wagowych polioliu 160 części wagowych 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu, 6,8 części wagowych katalizatorów tj. oktanianu potasu 6 części wagowych oraz octanu potasu rozpuszczonego w poliglikolu 0,8 części wagowych, jako napełniacz zmielony na nanocząstki niewykorzystany destylat lawendy zmodyfikowany przez dodanie kaolinu lub hydroksyapatytu w ilości 1 część wagowa na 1 część wagową zmielonego destylatu lawendy, w ilości 2 części wagowe na 100 części wagowych polioliu, a nadto zawierającą na 100 części wagowych polioliu 2,5 części wagowych środka powierzchniowo czynnego, 0,5 części wagowych wody, 11 części wagowych mieszaniny pentanu i cyklopentanu o stosunku wagowym składników 1:1.

Z publikacji w czasopiśmie *Materials*, 2021, 14, 3620 jest znana kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej, zawierająca jako napełniacz pestki moreli zmielone na cząstki o wielkości 100 μm i zmodyfikowane przez zmieszanie z kazeiną przy stosunku masy moreli do masy kazeiny = 1:2.

Celem wynalazku jest opracowanie nowego składu kompozycji do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, w której jako napełniacz wykorzystuje się zmielone pestki moreli zmodyfikowane kazeiną.

Kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, na bazie polioliu, zawierająca na 100 części wagowych polioliu 120 części wagowych 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu, 14 części wagowych antypirenu, 0,2 części wagowe katalizatora oraz 1–5 części wagowych napełniacza w postaci pestek moreli zmielonych w procesie wysokoenergetycznego mielenia oraz zmodyfikowanych przez zmieszanie z kazeiną, **według wynalazku**, jako napełniacz zawiera pestki moreli zmielone na cząstki o rozmiarach 1,5–5,5 μm i zmodyfikowane kazeiną użytą w ilości 120 części wagowych na 100 części wagowych zmielonych pestek moreli.

Sztywne pianki poliuretanowe otrzymane z kompozycji według wynalazku wykazują parametry palności poprawione o około 2–15% w porównaniu z parametrami palności sztywnych pianek poliuretanowych otrzymanych z kompozycji zawierających inne napełniacze pochodzenia roślinnego. Nadto

w kompozycji według wynalazku wykorzystuje się materiał odpadowy jakim są pestki moreli, co znacznie obniża koszt jej przygotowania.

Przedmiot wynalazku ilustrują poniższe przykłady z powołaniem się na rysunek przedstawiający wykres ilustrujący maksymalne szybkości wydzielania ciepła (HRR) sztywnych pianek poliuretanowych otrzymanych w przykładach. Części podane w przykładach oznaczają części wagowe.

Przykład I

Przygotowano kompozycję o składzie:

mieszanina polioliu z fosforanem tris(2-chloro-1-metyletylowym)

oraz N,N-dimetylocykloheksyloaminą, o nazwie handlowej

Izopianol 40/30W/PIR – komponent A

zawierająca

polioliu	–	100 części,
fosforanu tris(2-chloro-1-metyletylowego) (antypiren)	–	14 części,
N,N-dimetylocykloheksyloaminy (katalizator)	–	0,2 części,
polimeryczny diizocyjanian difenylometanu o nazwie handlowej Purocyn B – komponent B	–	120 części,
pestki moreli zmielone wysokoenergetycznie na cząstki o rozmiarach 1,5–5,5 μm i następnie zmodyfikowane przez zmieszanie z kazeiną dodaną w ilości 120 części na 100 części zmielonych pestek	–	1 część.

Z kompozycji tej wytworzono sztywną piankę poliuretanową przez zmieszanie jej składników. Dla otrzymanej pianki określono maksymalną szybkość wydzielania ciepła (HRR), średni czas do trwałego zapłonu (T_{zap}), całkowite uwolnione ciepło (THR), ilość uwolnionego CO (COY), ilość uwolnionego CO₂ (CO₂Y) oraz indeks tlenowy (LOI).

Równocześnie dla celów porównawczych przygotowano kompozycję do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o składzie:

komponent A zawierający

polioliu	–	100 części,
fosforanu tris(2-chloro-1-metyletylowego)	–	14 części,
N,N-dimetylocykloheksyloaminy	–	0,2 części,
komponent B	–	120 części.

Z kompozycji tej wytworzono sztywną piankę poliuretanową przez zmieszanie jej składników. Dla otrzymanej pianki określono maksymalną szybkość wydzielania ciepła (HRR), średni czas do trwałego zapłonu (T_{zap}), całkowite uwolnione ciepło (THR), ilość uwolnionego CO (COY), ilość uwolnionego CO₂ (CO₂Y) oraz indeks tlenowy (LOI).

Przykład II

Przygotowano kompozycję o składzie:

komponent A zawierający

polioliu	–	100 części,
fosforanu tris(2-chloro-1-metyletylowego)	–	14 części,
N,N-dimetylocykloheksyloaminy	–	0,2 części,
komponent B	–	120 części,
pestki moreli zmielone wysokoenergetycznie na cząstki o rozmiarach 1,5–5,5 μm i następnie zmodyfikowane przez zmieszanie z kazeiną dodaną w ilości 120 części na 100 części zmielonych pestek	–	2 części.

Z kompozycji tej wytworzono sztywną piankę poliuretanową przez zmieszanie jej składników. Dla otrzymanej pianki określono maksymalną szybkość wydzielania ciepła (HRR), średni czas do trwałego zapłonu (T_{zap}), całkowite uwolnione ciepło (THR), ilość uwolnionego CO (COY), ilość uwolnionego CO₂ (CO₂Y) oraz indeks tlenowy (LOI).

Przykład III

Przygotowano kompozycję o składzie:

komponent A zawierający	
poliolu	– 100 części,
fosforanu tris(2-chloro-1-metyloetylowego)	– 14 części,
N,N-dimetylocykloheksyloaminy	– 0,2 części,
polimeryczny diizocyjanian difenylometanu o nazwie	
komponent B	– 120 części,
pestki moreli zmielone wysokoenergetycznie na cząstki	
o rozmiarach 1,5–5,5 μm i następnie zmodyfikowane przez	
zmieszanie z kazeiną dodaną w ilości 120 części na 100 części	
zmielonych pestek	– 5 części.

Dalej postępowano jak w przykładzie II.

W poniższej tabelicy przedstawiono wyniki badań średniego czasu do trwałego zapłonu (T_{zap}), całkowitego uwolnionego ciepła (THR), ilości uwolnionego CO (COY), ilości uwolnionego CO₂ (CO₂Y) oraz indeksu tlenowego (LOI) kompozycji poliuretanowych kompozycji referencyjnej oraz kompozycji otrzymanych w przykładach I–III.

Tablica

Nr przykładu	Średni czas do trwałego zapłonu, T_{zap} [s]	Całkowite uwolnione ciepło, THR [MJ m ⁻²]	Ilość wydzielonego CO, COY [kg kg ⁻¹]	Ilość wydzielonego CO ₂ , CO ₂ Y [kg kg ⁻¹]	Indeks tlenowy, LOI [%]
kompozycja referencyjna (bez napelnacza)	4	21.7	0.373	0.385	20.3
I	4	21.3	0.346	0.319	21.1
II	5	21.0	0.323	0.318	21.8
III	6	21.5	0.254	0.298	22.5

Zastrzeżenie patentowe

1. Kompozycja do wytwarzania sztywnej pianki poliuretanowej o zmniejszonej palności, na bazie polioliu, zawierająca na 100 części wagowych polioliu 120 części wagowych 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu, 14 części wagowych antypirenu, 0,2 części wagowe katalizatora oraz 1–5 części wagowych napelnacza w postaci pestek moreli zmielonych w procesie wysokoenergetycznego mielenia i następnie zmodyfikowanych przez zmieszanie z kazeiną, **znamienna tym**, że jako napelnacz zawiera pestki moreli zmielone na cząstki o rozmiarach 1,5–5,5 μm i zmodyfikowane kazeiną użytą w ilości 120 części wagowych na 100 części wagowych zmielonych pestek moreli.

Rysunek

