

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
D04H 1/54
D04H 1/42



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 98813456. X

[43] 授权公告日 2003 年 3 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 1102971C

[22] 申请日 1998. 12. 1 [21] 申请号 98813456. X
[30] 优先权
[32] 1997. 12. 4 [33] DE [31] 19753834. 7
[86] 国际申请 PCT/EP98/07784 1998. 12. 1
[87] 国际公布 WO99/29948 德 1999. 6. 17
[85] 进入国家阶段日期 2000. 8. 3
[71] 专利权人 BASF 公司
地址 德国路德维希港
[72] 发明人 H · 贝布纳 K · 奥特
审查员 茅 红

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 刘元金 周慧敏

权利要求书 3 页 说明书 12 页

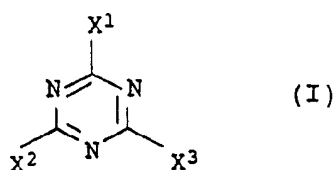
[54] 发明名称 蜜胺树脂纤维的应用及以蜜胺树脂纤维和聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维为基础的绝缘材料

[57] 摘要

公开了一种使用蜜胺树脂纤维的方法；一种包含下列的绝缘材料：a) 自 5 至 95 重量%蜜胺树脂，及 b) 自 5 至 95 重量%聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维；以及有关其制法。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种采用改性蜜胺树脂纤维制造密度为 $10 \sim 150 \text{ g l}^{-1}$ 的垫形绝热和/或隔音材料的方法；所述改性蜜胺树脂纤维的制造方法包括：使含蜜胺的混合物与甲醛或供应甲醛的化合物以蜜胺对甲醛的摩尔比 1:1.15 至 1:4.5 进行缩合；所述含蜜胺的混合物包含
- 5 (A) 自 90 至 99.9mol% 的包含下列的混合物：
- (a) 自 30 至 99.9mol% 蜜胺及
- (b) 自 1.0 至 70mol% 通式 I 的经取代蜜胺：



10

其中 X^1 、 X^2 及 X^3 各选自 $-\text{NH}_2$ 、 $-\text{NHR}^1$ 及 $-\text{NR}^1\text{R}^2$ ，但条件是 X^1 、 X^2 及 X^3 不全为 $-\text{NH}_2$ ，及 R^1 与 R^2 独立选自羟基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_{20}$ -烷基、羟基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_4$ -烷基-（氧杂- $\text{C}_2 \sim \text{C}_4$ -烷基） $_n$ ，其中 n 为 1 至 5，及氨基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_{12}$ -烷基；或通式 I 蜜胺的混合物，及

- 15 (B) 占 (A) 及 (B) 的自 0.1 至 10mol% 的选自为未取代或经选自 $\text{C}_1 \sim \text{C}_9$ -烷基及羟基自由基取代的酚类、经两个或 3 个酚基基团取代的 $\text{C}_1 \sim \text{C}_4$ -链烷烃、二（羟苯基）砜及其混合物的化合物。

2. 按照权利要求第 1 项的方法，其中改性蜜胺树脂纤维与聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维一起使用。

- 20 3. 一种密度为 $10 \sim 150 \text{ g l}^{-1}$ 的垫形绝缘材料，其包含：

- a) 自 5 至 95 重量% 蜜胺树脂纤维，和
- b) 自 5 至 95 重量% 聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维。

4. 按照权利要求第 3 项的绝缘材料，进一步包含

- c) 最高达 30 重量% 其他纤维，和/或

- 25 d) 最高达 20 重量% 添加剂。

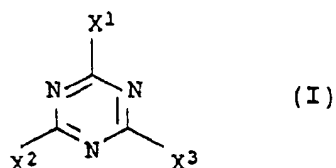
5. 按照权利要求第 3 项的绝缘材料，其中蜜胺树脂纤维是经改性的，和其制造方法包括：使含蜜胺的混合物与甲醛或供应甲醛的化

合物以蜜胺对甲醛的摩尔比 1:1.15 至 1:4.5 进行缩合; 所述含蜜胺的混合物包含

(A) 自 90 至 99.9mol% 的包含下列的混合物:

(a) 自 30 至 99.9mol% 蜜胺及

5 (b) 自 1.0 至 70mol% 通式 I 的经取代蜜胺:



其中 X^1 、 X^2 及 X^3 各选自 $-NH_2$ 、 $-NHR^1$ 及 $-NR^1R^2$, 但条件是 X^1 、 X^2 及 X^3 不全为 $-NH_2$, 及 R^1 与 R^2 独立选自羟基- $C_2 \sim C_{20}$ -烷基、羟基-
10 $C_2 \sim C_4$ 烷基-(氧杂- $C_2 \sim C_4$ -烷基) $_n$, 其中 n 为 1 至 5, 及氨基- $C_2 \sim C_{12}$ -烷基; 或通式 I 蜜胺的混合物, 及

(B) 占 (A) 及 (B) 的自 0.1 至 10mol% 的选自为未取代或经选自 $C_1 \sim C_9$ -烷基及羟基自由基取代的酚类、经两个或 3 个酚基基团取代的 $C_1 \sim C_4$ -链烷烃、二(羟苯基)砜及其混合物的化合物。

15 6. 按照权利要求第 3 项的绝缘材料, 其中聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维 b) 选自聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维、聚对苯二甲酸丁二醇酯纤维及其混合物。

7. 按照权利要求第 6 项的绝缘材料, 其中聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维 b) 为具有含聚酯芯及共聚酯皮的皮芯结构的双组分纤维。

20 8. 按照权利要求第 7 项的绝缘材料, 其中双组分纤维 b) 的芯的熔融温度为 $200 \sim 300^\circ\text{C}$, 和皮的熔融温度为 $80 \sim 150^\circ\text{C}$ 。

9. 按照权利要求第 7 及 8 项任一项的绝缘材料, 其中该双组分纤维 b) 的单根纤维线密度在 1 至 20 dtex 范围, 较好在 2 至 15 dtex 范围。

25 10. 一种制造按照权利要求第 3 项的密度为 $10 \sim 150 \text{ g l}^{-1}$ 的垫形绝缘材料的方法, 包括:

i) 蜜胺树脂纤维 a)、聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维 b) 和任选其它纤维 c) 和/或添加剂 d) 任选在预处理后, 予以混合, 任选梳理

并铺列成垫;

ii) 将垫加热, 和

iii) 热处理过的垫任选切割成适宜大小和/或涂层贴面。

5 11. 按照权利要求第 10 项的方法, 其中组分 b)是具有皮芯型结构的包含聚酯芯和共聚酯皮的皮芯型双组分纤维, 和其中步骤 ii)中的温度高于皮的熔融温度但低于芯的熔融温度。

12. 按照权利要求第 8 项的绝缘材料, 其中双组分纤维芯的熔融温度为 230~280℃。

10 13. 按照权利要求第 8 项的绝缘材料, 其中双组分纤维片的熔融温度为 100~130℃。

14. 按照权利要求第 9 项的绝缘材料, 其中双组分纤维单根纤维的线密度为 2~15 dtex。

蜜胺树脂纤维的应用及以蜜胺树脂纤维和
聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维为基础的绝缘材料

5 本发明涉及蜜胺树脂纤维的应用及以蜜胺树脂纤维和聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维为基础的绝缘材料及其制造方法。

在建筑结构区段中的绝缘材料，例如建筑物及建筑物配件的隔热及隔音材料，经常利用以玻璃或矿物纤维为主的绝缘垫制得。一般说，这些材料确实具有良好绝缘性质，但亦具有脆性及非常易碎，而在某种情况下会释出非常短的纤维碎屑的缺点。因此，通常不易加工成纤维垫；其次，认为可吸入的微纤维对健康有害。再者，无机材料一般具有比有机材料高的密度，导致产品较重因而运输成本较高。

所以需要一种以有机纤维为主、实质上具有与无机材料相当的绝缘性质、且易于制造及加工的绝缘材料。

15 DE-A 31 47 308 及 EP-A 80 655 揭示具有下列性质的由蜜胺树脂纤维垫所构成的绝缘材料：

a) 厚度为 20 至 200 毫米，

b) 密度为 10 至 150 克升⁻¹，

c) DIN 52 612 导热率小于 0.05 W m⁻¹ K⁻¹，

20 d) DIN52 215 - 632500Hz 吸音度（由垂直转变至稳态声（stationary sound）入射）大于 90%，

e) 回复能力高，测定方法和数据为：将 100 毫米厚垫，于 2 分钟内压缩至 30 毫米并在该厚度维持 24 小时，自垫上移除压力后，自动回弹至大于 80 毫米的厚度，及 6 小时后回复至大于 98 毫米的厚度，

25 f) 火焰行为良好，达到 DIN 4102 Part I 火焰测试建筑材料类 B1（低可燃）等级。

所用的蜜胺树脂可为蜜胺/甲醛缩合产物，其在缩合态时，除了蜜胺以外，可含有最高达 50 重量% 其他热固性成型剂，及除了甲醛以外，可含有最高达 50 重量% 其他醛类。所用的热固性成型剂可为烷基取代的蜜胺、脲、氨基甲酸酯、羧酰胺、双氰胺、胍、硫酰胺（sulfurylamide）、磺酰胺、脂族胺和酚类及其衍生物。可用醛类实例为乙醛、三羟甲基乙醛、丙烯醛、苯甲醛、糠醛、乙二醛、邻苯

二醛及对苯二醛。但较好为未改性的蜜胺/甲醛缩合产物。以这些蜜胺树脂纤维垫为基础的绝缘材料可用作建筑物及建筑物配件的防热及隔音材料。

5 EP-A-523 485 描述了可由 a) 蜜胺、b) 经取代蜜胺及未取代和/或经取代酚与甲醛或供应甲醛的化合物的缩合混合物所得的缩合产物，其制备方法及其制造纤维的用途。值得注意的是，这些缩合产物具有改善的水解稳定性及减少了的甲醛放出。

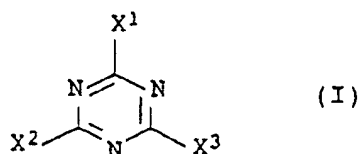
本发明的目的是发现一种如 EP-A-523 485 所得的蜜胺树脂纤维的新颖有利用途。

10 我们发现，此目的通过使用经改性的蜜胺树脂纤维作为及用于绝热和/或隔音材料的方法而实现，该蜜胺树脂纤维可由包含下列的缩合混合物获得：

(A) 自 90 至 99.9mol % 的包含下列的混合物：

(a) 自 30 至 99.9mol % 蜜胺及

15 (b) 自 1.0 至 70mol % 通式 I 的经取代蜜胺：



其中 X^1 、 X^2 及 X^3 各选自 $-\text{NH}_2$ 、 $-\text{NHR}^1$ 及 $-\text{NR}^1\text{R}^2$ ，但条件是 X^1 、 X^2 及 X^3 不全为 $-\text{NH}_2$ ，及 R^1 与 R^2 独立选自羟基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_{20}$ -烷基、羟基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_4$ -烷基-（氧杂- $\text{C}_2 \sim \text{C}_4$ -烷基） $_n$ ，其中 n 为 1 至 5，及氨基- $\text{C}_2 \sim \text{C}_{12}$ -烷基；或通式 I 蜜胺的混合物；及

(B) 占 (A) 及 (B) 的自 0.1 至 10mol % 的选自为未取代或经选自 $\text{C}_1 \sim \text{C}_9$ -烷基及羟基的自由基取代的酚类、经两个或 3 个酚基基团取代的 $\text{C}_1 \sim \text{C}_4$ -链烷烃、二（羟苯基）砒及其混合物的化合物，

25 与甲醛或供应甲醛的化合物，该蜜胺对甲醛的 mol 比为 1:1.15 至 1:4.5。适宜的改性蜜胺树脂纤维述于例如 EP-A-523 485。纤维可借由本领域已知的惯用方法加工为成型的绝热和/或隔音物件。此种方法详述于后文。有利地是，述于 EP-A-523 485 的经改性蜜胺

- 甲醛树脂纤维比常规蜜胺树脂纤维更具织物手感。其较不脆而且较不易破裂，因此通常在加工为成型的物件例如纤维垫时几乎没有短纤单纤及粉尘释出。此外，其通常亦比常规纤维对皮肤具柔顺感。以 EP-A523 485 所述的蜜胺树脂纤维为主的绝缘材料可较好用于建筑物及建筑物部件的防热和/或隔音。其又可用于机械工程、致冷技术中作为绝热和/或隔音材料，还可用于建筑物内部及外部的导液体和/或导气体的管线的绝缘等。

在适宜的实施方案中，前述蜜胺树脂纤维可与聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维一起使用。适用于此目的的聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维述于后文。

本发明又提供一种绝缘材料，其包含：

- a) 自 5 至 95 重量% 蜜胺树脂纤维；
- b) 自 5 至 95 重量% 聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维，及任选
- c) 最高达 30 重量% 其他纤维，和/或
- d) 最高达 20 重量% 添加剂。

组分 a)

适宜的蜜胺树脂纤维为未改性的蜜胺树脂纤维及较好为改性的蜜胺树脂纤维及其混合物。

适用于制造蜜胺树脂纤维垫的蜜胺/甲醛缩合产物述于 EP-A 0 080 655，其完全并本文供参考。该蜜胺/甲醛缩合产物可以以缩合形式含有，除了蜜胺以外，可含最高达 50 重量%，较好最高达 20 重量% 的其他热固性成型剂，及除了甲醛以外，可含最高达 50% 重量%，较好最高达 20 重量% 的其他醛类。

适宜的其他热固性成型剂包含例如烷基取代的蜜胺、脲、氨基甲酸酯、羧酰胺 (carboxamides)、双氰胺、胍、硫酰胺、磺酰胺、脂族胺类，亦可为酚及其衍生物。

适宜的其他醛类包含例如乙醛、三羟甲基乙醛、丙烯醛、苯甲醛、糠醛、乙二醛、邻苯二醛及对苯二醛。

热固性成型剂对醛的 mol 比一般为约 1:1.5 至约 1:4.5。若使用未改性蜜胺/甲醛缩合物，则 mol 比通常自约 1:2.5 至约 1:3.5。

此纤维的制造可籍例如使蜜胺-醛预缩合物的高度浓缩水溶液

经纺丝。此种方法述于例如 DE-A 23 64 901, 且可利用绞盘 (hauler plate) 或口模。此纤维可预干燥、任选拉伸及最后蜜胺树脂在约 150 至 250℃ 固化。可能的固化催化剂为惯用的酸, 例如硫酸、盐酸、乙酸或较好为甲酸, 其以约 0.1 至 5.0 重量% 的量添加至预缩合物水溶
5 液中。同样地可在纺丝后, 在固化步骤期间, 随空气一起添加固化催化剂。

若需要, 纤维可提供有粘合剂以在纤维垫的结点部位上粘合各个纤维。适宜粘合剂包含例如蜜胺、酚或脲树脂, 其用量通常为纤维重量的约 1 至 8 重量%。此粘合剂 (例如以水分散体形式) 可在纤维形
10 成后直接喷雾在其上。

所得纤维一般厚度约 3.0 至 30 微米, 及长约 10 至 150 毫米。其拉伸强度通常在约 100 至 1000 N mm⁻² 范围内及其断裂伸长率在约 3 至 30% 范围内。

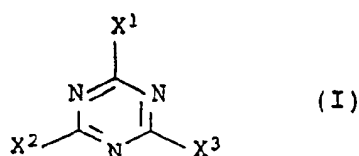
在优选实施方案中, 组分 a) 包括 EP-A 523 485 所述的改性蜜胺
15 树脂纤维, 其全部内容引入本文供参考。

这些蜜胺树脂纤维含有作为单体结构单元(A)的自 90 至 99.9 mol % 的混合物, 其主要包括自 30 至 99, 较好自 50 至 95, 尤佳为 85 至 95 mol % 的蜜胺及自 1 至 70, 较好 1 至 50, 尤佳为 5 至 15 mol % 的式 I 的经取代蜜胺或式 I 的经取代蜜胺的混合物。

作为其他的单体结构单元(B), 较佳的蜜胺树脂纤维含有 a) 占
20 单体结构单元(A)及(B)总 mol 数的自 0.1 至 10 mol %, 较好自 0.1 至 9.5 mol % 的酚或酚混合物。

较佳的蜜胺树脂纤维 a) 通常为使成分(A)及(B)与甲醛或供应
25 甲醛的化合物反应及随后纺丝而得, 蜜胺对甲醛 mol 比在约 1:1.15 至 1:4.5 的范围, 较好约 1:1.8 至 1:3.0 的范围。

通式 I 的适宜的经取代蜜胺:



为其中 X^1 、 X^2 及 X^3 各选自 $-NH_2$ 、 $-NHR^1$ 及 $-NR^1R^2$ ，但条件是 X^1 、 X^2 及 X^3 不全为 $-NH_2$ ，及 R^1 及 R^2 独立选自羟基- $C_2 \sim C_{10}$ -烷基、羟基- $C_2 \sim C_4$ 烷基（氧杂- $C_2 \sim C_4$ -烷基） $_n$ ，其中 n 为 1 至 5，及氨基- $C_2 \sim C_{12}$ -烷基者。

- 5 较佳的羟基- $C_2 \sim C_{10}$ -烷基包含羟基- $C_2 \sim C_6$ -烷基如 2-羟乙基、3-羟正丙基、2-羟异丙基、4-羟正丁基、5-羟正戊基、6-羟正己基、3-羟基-2, 2-二甲基丙基，较好为羟基- $C_2 \sim C_4$ -烷基如 2-羟乙基、3-羟正丙基、2-羟异丙基及 4-羟正丁基，尤佳为 2-羟乙基及 2-羟异丙基。
- 10 较佳的羟基- $C_2 \sim C_4$ -烷基（氧杂- $C_2 \sim C_4$ 烷基） $_n$ 为其中 n 为 1 至 4 者，尤佳者为 $n=1$ 或 2 者，如 5-羟基-3-氧杂戊基、5-羟基-3-氧杂-2, 5-二甲基戊基、5-羟基-3-氧杂-1, 4-二甲基戊基、5-羟基-3-氧杂-1, 2, 4, 5-四甲基戊基、8-羟基-3, 6-二氧杂辛基。
- 15 氨基- $C_2 \sim C_{12}$ -烷基较佳为氨基- $C_2 \sim C_8$ -烷基如 2-氨基乙基、3-氨基丙基、4-氨基丁基、5-氨基戊基、6-氨基己基、7-氨基庚基及 8-氨基辛基，尤佳为 2-氨基乙基及 6-氨基己基，非常佳为 6-氨基己基。

下列化合物是尤其适用于本发明的经取代蜜胺：

- 2-羟乙氨基取代的蜜胺，如：

20 2-（2-羟乙氨基）-4, 6-二氨基-1, 3, 5-三嗪，
2, 4-二（2-羟乙氨基）-6-氨基-1, 3, 5-三嗪，
2, 4, 6-三（2-羟乙氨基）-1, 3, 5-三嗪，
- 2-羟异丙氨基取代的蜜胺，如：

25 2-（2-羟异丙氨基）-4, 6-二氨基-1, 3, 5-三嗪，
2, 4-二（2-羟异丙氨基）-6-氨基-1, 3, 5-三嗪，
2, 4, 6-三（2-羟异丙氨基）-1, 3, 5-三嗪，
- 5-羟基-3-氧杂戊氨基取代的蜜胺，如：

30 2-（5-羟基-3-氧杂戊氨基）-4, 6-二氨基-1, 3, 5-三嗪，
2, 4, 6-三（5-羟基-3-氧杂戊氨基）-1, 3, 5-三嗪，
2, 4-二（5-羟基-3-氧杂戊氨基）-6-氨基-1, 3, 5-三嗪，
- 6-氨基己氨基取代的蜜胺，如：

- 2- (6-氨基己氨基) - 4, 6-二氨基-1, 3, 5-三嗪,
 2, 4-二 (6-氨基己氨基) - 6-氨基-1, 3, 5-三嗪,
 2, 4, 6-三 (6-氨基己氨基) - 1, 3, 5-三嗪或
 - 这些化合物的混合物, 例如 10mol % 2- (5-羟基-3-氧杂戊
 5 氨基) - 4, 6-二氨基-1, 3, 5-三嗪、50mol % 2, 4-二
 (5-羟基-3-氧杂戊氨基) - 6-氨基-1, 3, 5-三嗪
 及 40mol % 2, 4, 6-三 (5-羟基-3-氧杂戊氨基) - 1, 3,
 5-三嗪 的混合物。

- 适宜的酚类 (B) 包括含一或两个羟基的酚类, 如未取代的苯酚、
 10 经选自 $C_1 - C_9$ -烷基及羟基的自由基取代的酚, 亦可为经 2 或 3 个酚
 基基团取代的 $C_1 - C_4$ -链烷烃, 二 (羟苯基) 砜及其混合物。

- 较佳的酚包括苯酚、4-甲基酚、4-叔丁基酚、4-正辛基酚、4-
 -正壬基酚、焦儿茶酚、间苯二酚、氢醌、2, 2-双 (4-羟苯基)
 丙烷、双 (4-羟苯基) 砜, 尤佳为苯酚、间苯二酚及 2, 2-双 (4-
 15 -羟苯基) 丙烷。

甲醛一般以浓度为例如 40 至 50 重量 % 的水溶液形式使用或使用
 在 (A) 与 (B) 反应过程可供应甲醛的化合物的形式, 例如固态的低
 聚或聚甲醛, 如低聚甲醛, 1, 3, 5-三氧杂环己烷或 1, 3, 5, 7-
 四氧杂环辛烷 (tetroxane)。

- 20 较佳的蜜胺树脂纤维 a) 系由惯用的蜜胺、任选取代的蜜胺及任选
 的酚与甲醛或供应甲醛的化合物缩聚而得。所有成分可在一开始时即
 存在或可分批逐渐添加至反应中, 随后于所形成的预缩合物中再添加
 蜜胺, 经取代蜜胺或酚。

- 缩聚反应一般系以常规方式进行 (参见 EP-A 355 760 及
 25 Houben-Weyl, 第 14/2 卷, 第 357 页以后)。

反应温度通常选在 20 至 150℃ 范围, 较佳约 40 至 140℃。

反应压力一般不重要。通常所用压力在 100 至 500kPa, 较好自
 100 至 300kPa。

- 反应可存在或不存在溶剂进行。通常若使用甲醛水溶液则不添加
 30 溶剂。若使用固态甲醛, 通常使用水作为溶剂, 用量一般为所用单体
 总量的 5 至 40, 较好 15 至 25 重量 %。

再者, 缩聚一般在 pH7 以上进行, 较好的 pH 范围自 7.5 至 10.0,

尤佳为 8 至 9。

再者，反应混合物可包含少量惯用添加剂如碱金属亚硫酸盐，例如连二亚硫酸钠 (sodium disulfite) 及亚硫酸钠、碱金属甲酸盐例如甲酸钠、碱金属柠檬酸盐例如柠檬酸钠，磷酸盐、聚磷酸盐、脲、
5 双氰胺或氨脒。其能以纯的个别化合物的形式添加或以彼此的混合物的形式添加，每种情况中可不含溶剂或以水溶液形式添加，可在缩合反应之前、其间或之后添加。

其他改性剂为胺也可为氨基醇如二乙胺、乙醇胺、二乙醇胺或 2-二乙氨基乙醇。

10 适用于制造蜜胺树脂纤维 a) 的进一步的添加剂为填料或乳化剂。作为填料可使用例如纤维或粉末状无机增强剂或填料如玻璃纤维、金属粉末、金属盐或硅酸盐，例如高岭土、滑石、氧化钡、石英或白垩，亦可为颜料及染料。所用乳化剂通常为惯用的具长链烷基自由基的非离子性、阴离子性或阳离子性有机化合物。

15 缩聚反应一般在例如挤出机中以常规方式分批或连续进行 (参见 EP-A 355760)。

纤维的制造一般系以常规方法使本发明的蜜胺树脂经纺丝而得，例如，随后在室温下，添加固化剂、惯用酸如甲酸、硫酸及氯化铵至气流纺纱装置中且随后于加热环境中使粗制纤维固化，或于加热
20 环境中纺纱同时蒸发作为溶剂使用的水并固化该缩合物。此种方法详述于 DE-A 23 64 091。

组分 b)

适宜的聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维较好选自聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维、聚对苯二甲酸丁二醇酯纤维及其混合物。较好使用聚
25 对苯二甲酸乙二醇酯纤维。本发明绝缘材料中组分 b) 的比例通常自约 5 至 95 重量%，较好约 20 至 90 重量% 的范围。

在优选实施方案中，所用的聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维为具有皮芯结构的双组分纤维。此种纤维 (可熔融熔合纤维) 及其制法述于 Franz Fourné, Synthetische Fasern, Wissenschaftliche
30 Verlagsgesellschaft, Stuttgart 1964 及于 Herrmann Ludewig, Polyesterfasern, Akademie Verlag, Berlin 1975 中，两者全部内容均引入本文供参考。这些双组分纤维包括通常由聚对苯

二甲酸乙二醇酯均聚物所构成的高熔点聚酯芯。此芯的熔融温度通常在约 200 至 300℃ 范围内, 较好在约 230 至 280℃ 范围内。此高熔点芯由具较低熔融温度的皮所包围。此皮包括例如共聚酯, 其共聚合形式中, 除了对苯二甲酸以外, 还含有另外的芳族和/或脂族二羧酸和/或, 除了乙二醇以外, 还含有另外的二醇, 因此性能可在广范围内变化。适宜的其他芳族二羧酸例如间苯二甲酸。适宜的其他脂族二羧酸例如 $C_3 - C_{12}$ - 二羧酸如丙二酸、丁二酸、己二酸、癸二酸等。适宜的其他二醇例如丙二醇、1, 4-丁二醇、1, 5-戊二醇、新戊二醇、1, 6-己二醇、2-甲基-1, 5-戊二醇、2-乙基-1, 4-丁二醇、聚亚烷基二醇如聚乙二醇及聚丙二醇, 且亦可为二元或多元醇的烷氧基化物。其包含例如乙氧基化、丙氧基化及混合的乙氧基化与丙氧基化二元、三元、四元、五元及六元醇及聚酯醇。烷氧基化度通常在 1 至 300, 较好在 2 至 150 的范围。

皮的熔融温度通常在约 80 到 150℃, 较好在 100 至 130℃ 的范围。具有皮芯结构的较佳聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维 b) 具有通常在约 1 至 20 dtex, 较好在约 2 至 15 dtex 范围的单根纤维线密度。1 dtex 为 1 克/10, 000 米的线密度, 且相当于圆纤维直径约略大于 10 微米。此线密度与直径平方成正比。

这些较佳组分 b) 的密度通常在约 1.1 至 1.6 克/厘米³ 的范围。聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维通常具有非常好的耐老化性、良好的光及气候稳定性、非常良好的耐腐蚀性, 亦具有良好的耐酸性。其对大部分有机溶剂是稳定的且具有相当高的湿强度, 较好约 100%。在 95% 相对湿度及 20℃ 下回潮率一般非常小, 不超过 1.0% 的等级; 较好不超过约 0.5%。

本发明所用的聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维通常可未经防火处理即使用。较好作为组分 b) 使用的该皮芯聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维具有 DIN 51 794 自燃温度不低于 450℃, 较好不低于 500℃。分解温度通常不低于 270℃, 较好不低于 300℃。

由聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维所构成的纤维产品具有生态学安全性的优点。所用聚酯对天然土壤物质具有惰性及耐腐蚀性。

若需要, 此聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯纤维可包括惯用填料例如玻璃纤维、金属粉末、硅酸盐、滑石、氧化钡、石英或白垩、二氧化

钛以及颜料及染料。通常组分 b) 中这些添加剂的重量比例，不超过组分 b) 总量的 20 重量%，较好不超过 10 重量%。

为了制造纤维，聚对苯二甲酸亚烷基二醇酯可以已知方法纺丝。适宜的纺丝方法例如熔融纺丝述于例如 A. Echte, Handbuch der technischen, Polymerchemie, VCH Weinheim, 1993, 第 563 页以下，及于 A. Franck, Kunststoff-Kompendium, Vogel-Buchverlag, 第 4 版, 1996, 第 166 页以下。为了制造较好使用作为组分 b) 的皮芯双组分纤维，聚对苯二甲酸乙二醇酯及对应的共聚酯可藉使该两种不同成分类似于共挤出的共纺丝而获得。这些系统则较好以未卷曲纤维存在。

组分 c)

除了组分 a) 及 b) 以外，本发明的绝缘材料可进一步包含最高达 20 重量% 的其他纤维。适宜的其他纤维包括例如天然纤维如羊毛及棉，或合成纤维如聚酰胺纤维、聚酰亚胺纤维及芳族聚酰胺纤维、聚丙烯腈纤维、纤维素纤维如粘胶纤维等。较好，本发明的绝缘材料不使用额外纤维制得。

组分 d)

本发明绝缘材料可包含最高达 20 重量% 其他添加剂，其包括例如组分 a) 中述及的粘合剂，其使该各个纤维与纤维垫的结点粘合。适宜粘合剂为蜜胺、酚或脲树脂，其用量通常占纤维总量的约 1 至 8 重量%，较好 2 至 5 重量%。又可使用以例如丙烯酸酯为主的粘合剂。这些粘合剂普遍亦包含阻燃剂。这些粘合剂若需要可添加至纤维组分 a)、b) 和/或 c) 的一或多种中或加至其混合物中。为此，例如粘合剂可以水分散体喷雾至纤维上。其可包括惯用填料，较好为可增加阻燃性者，如硼酸盐、磷酸盐，参见，上文。若使用双组分纤维作为组分 b)，则通常不须添加粘合剂。

本发明所用的绝缘材料由组分 a) 制造，即，在制造蜜胺树脂纤维期间通过立即将纤维以所需厚度铺于带上，接着添加粘合剂而制得。本发明绝缘材料系由前述组分 a) 至 d) 由下列步骤所制得：

i) 组分 a)、b) 及任选的 c) 和/或 d)，任选在预处理后，予以混合，任选梳理并铺列成垫。

ii) 将垫加热，及

iii) 热处理过的的垫任选切割成适宜大小和/或涂层贴面。

步骤 i)

通常，所用的纤维组分 a)、b) 及任何其他合成纤维 c) 予以固化、拉伸并任选在纺丝后依常规方式进行进一步的惯用后处理工序。随后，其可再以常规方式进一步加工成短纤维。此进一步加工在一方面可包括后处理步骤例如赋予纤维抗静电性质、导电性和/或粘合性。再者，此扁平纤维若需要可籍例如填料箱卷曲或湿卷曲而卷曲（变形）。若使用皮芯聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维作为组分 b)，其较好不经卷曲。纤维最后于切断机切成所需长度的短纤维。制造短纤维的方法及适宜装置及机械述于 Bela von Falkai, Synthesefasern, Verlag Chemie, Weinheim 1981 及 A. Echte, Handbuch der technischen Polymerchemie, VCH-Verlagsgesellschaft Weinheim, 1993, 第 563 页以下。各个组分 a)、b) 及任选的 c) 及/d) 随后以述于例如 Vliesstoffe, Georg-Thieme-Verlag 中的惯用纤维混合装置混合。此纤维混合物接着以常规方式梳理并铺列形成垫或籍纤维喂入机以松散纤维形式饲入并铺列形成垫。纤维梳毛的装置及方法详述于例如 Ullmann's Enzyklop die der technischen Chemie, 第 3 版, 第 17 卷, 1966 年, 第 277 页。

步骤 ii)

铺列的垫在高温例如在约 100 至 300℃ 的温度下热处理，以完全固化该蜜胺树脂及若需要蒸发仍存留的自制造过程中的任何水并使个别纤维适当粘合。为达到后者目的，可于前述纤维中添加粘合剂。若使用呈双组分纤维形式的聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维作为组分 b)，则垫在高于皮熔融温度但低于芯熔融温度的温度下进行热处理，以使纤维粘合在一起形成稳定的弹性垫。

步骤 iii)

本发明的垫形的绝缘材料最后可切割成适当大小及任选涂层贴面。适宜的涂布贴面材料包括金属箔例如铝，包含填料的有机分散体及无机分散体或乳液。

本发明的垫形的绝缘材料厚度通常自 20 至 200 毫米范围，较好自 50 至 100 毫米范围。密度在 10 至 150g l⁻¹，较好在 15 至 50g l⁻¹ 间。

有利地注意到，本发明绝缘材料具有良好应用性质。例如 DIN 52612 导热率不大于 $0.045 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ，较好不大于 $0.04 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 。

由垂直转变成稳定音入射的 DIN 52 215-83 吸音率不小于 92%，较好不小于 95%。

- 5 在 100 毫米厚垫上测定回复能力。若本发明绝缘材料较厚，则切成合适大小，若为较薄垫则数片重叠。

当 100 毫米厚垫在 2 分钟内压缩成 30 毫米并在该厚度维持 24 小时，本发明绝缘材料的回复能力如此高，以致在压力移除后，垫自动回复不少于 80%，较好不少于 90%。本发明绝缘材料通常在 6 小时后回复不少于 98%，较好不少于 99%。更佳，在较短时间例如约 30 分钟后达到不少于 98%，较好不少于 99% 的回复率。良好回复率对垫的运输、贮存及安装具有重要意义。在其制造及成为成品后，垫制品通常予以卷绕及于制造过程中高度压缩使其体积减少供运输及贮存。为了安装，将其卷开，此时其须尽速回复其原来厚度且因此回复其原来密度。此外，不充分回复及伴随增加的密度将降低绝缘效果。

10 15

本发明绝缘材料达到 DIN 4102 Part 1 火焰测试的建筑材料 B1 级（低可燃性）。

本发明例如呈纤维垫状的绝缘材料可用于建筑物及建筑物配件的隔热及隔音。其尤适用于屋顶绝缘。

- 20 下列实例说明本发明
实例

实例中所列的粘度值系在 20 秒-1 剪切速率及 20℃ 下使用锥板式粘度计（购自 Epprecht Instruments+Controls，测量锥“D 型”）测定。

- 25 回复率系在 100 毫米厚垫上，于 2 分钟内压缩至 30 毫米并在该厚度维持 24 小时后测定。

导热率系依据 DIN 52 612 测定。

吸音率系在 2000Hz，依据 DIN 52 215 测定。

实例 1

- 30 按照 EP-A-0 523 485 的含苯酚 3mol% 的蜜胺树脂

将 1791.7 克（14.22mol）蜜胺及 626.1 克 80 重量% 浓度的 2, 4, 6-三（5-羟基-3-氧杂戊氨基）-1, 3, 5-三嗪水溶液

(1.52mol) 及 44.6 克 (0.47mol) 苯酚与 557.9 克低聚甲醛、7.0 克 2-二乙氨基乙醇及 1093.8 克 40 重量% 浓度甲醛水溶液混合在一起。反应混合物回流至粘度为 $500\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

实例 2

- 5 80 份以实例 1 的密胺树脂为主的经改性密胺树脂纤维及 20 份具皮芯结构的聚对苯二甲酸乙二醇酯短纤维 (芯熔点: 约 250°C ; 皮熔点: 约 115°C ; 线密度: 4 dtex; 长度: 50 毫米) 籍常规纤维混合机混合, 经梳理及籍交叉铺网机铺列形成厚 100 毫米的垫。此垫接着在 160°C 于加热管中进行热处理, 使聚对苯二甲酸乙二醇酯短纤维的皮
- 10 溶化并使纤维粘合在一起形成短纤维弹性垫。

应用性能:

回复率:

自发: 95%

30 分钟后: 100%

- 15 DIN 52 612 导热率: $0.035 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

DIN 52 215 2000Hz 吸音度: 98