

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201992851** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2020.08.13

(22) Дата подачи заявки
2018.06.26

(51) Int. Cl. *C08G 18/48* (2006.01)
C08G 18/66 (2006.01)
C08G 18/76 (2006.01)
C08G 18/28 (2006.01)
C08G 18/38 (2006.01)
C08G 18/40 (2006.01)
C08G 18/42 (2006.01)

(54) ОГНЕСТОЙКИЙ ПЕНОПОЛИУРЕТАН

(31) **62/525,596; 62/564,522; 62/608,206**

(32) **2017.06.27; 2017.09.28; 2017.12.20**

(33) **US**

(86) **PCT/US2018/039562**

(87) **WO 2019/005837 2019.01.03**

(71) Заявитель:

АЛБЕМАРЛ КОРПОРЕЙШН (US)

(72) Изобретатель:

Тан Юн, Ибай Аугусто Сезар (US)

(74) Представитель:

Медведев В.Н. (RU)

(57) Согласно настоящему изобретению предложены огнестойкие композиции, состоящие из или образованные из компонентов, включающих в себя серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку.

201992851
A1

201992851

A1

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

2420-560503ЕА/032

ОГНЕСТОЙКИЙ ПЕНОПОЛИУРЕТАН

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

[0001] Данное изобретение относится к огнестойким жестким пенополиуретанам, а также к композициям, которые могут быть использованы в образовании таких пенопластов.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0002] Жесткий пенополиуретан подвергается процессу литья или распыления. Процесс литья, в целом, используется для производства блочного пенопласта, непрерывного двухполосного ламинирования и производства отдельных панелей. Монтажная полиуретановая пена уже много лет используется в качестве кровельного уплотнителя и герметика. Монтажная полиуретановая пена прилипает к стенам и полу, а также формирует их, создавая плотное уплотнение и изолирующий барьер, который предотвращает утечку воздуха.

[0003] Огнестойкость является важной характеристикой этих материалов. Различные соединения или их смеси были эффективно использованы для соответствия действующим стандартам пожарной безопасности. Однако, наряду с эффективностью действия в качестве огнестойких добавок, желательно получить соединения и/или смеси, которые совместимы с процессами производства пены и не мигрируют из пенополиуретана с течением времени.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0004] Данным изобретением предложены композиции и способы получения огнестойких пенополиуретанов, которые, в целом, представляют собой жесткие пенополиуретаны с закрытыми порами. Также предложены составы, которые могут быть использованы для изготовления огнестойких жестких пенополиуретанов.

[0005] Вариантом осуществления данного изобретения является огнестойкая композиция, которая состоит из или образована из компонентов, включающих в себя по меньшей мере одно изоцианат-активное серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку.

[0006] Другие варианты осуществления данного изобретения включают в себя составы, способы образования жестких пенополиуретанов и жесткие пенополиуретаны.

[0007] Эти и другие варианты осуществления и характеристики данного изобретения будут еще более очевидны из последующего описания и прилагаемой формулы изобретения.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

[0008] На **Фиг. 1А** проиллюстрирован фотоснимок, показывающий обуглившееся вещество снизу квадрата из жесткого пенополиуретана, образованного из ингредиентов, включающих в себя Е-300 и RB-79.

[0009] На **Фиг. 1В** проиллюстрирован фотоснимок, показывающий обуглившееся вещество снизу квадрата из жесткого пенополиуретана, образованного из ингредиентов, включающих в себя E-300, RB-79 и наноглину.

[0010] На **Фиг. 2** проиллюстрированы кривые скорости тепловыделения в коническом калориметре для опыта i примера 3 (сплошная линия) и опыта ii примера 3 (пунктирная линия).

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ СУЩНОСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0011] Используемая в данном документе фраза «реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка» имеет значение, эквивалентное значению фразы «изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка». Аналогично, фраза «реакционноспособное серосодержащее соединение» имеет значение, эквивалентное значению фразы «изоцианат-активное серосодержащее соединение», используемой в данном документе.

[0012] Реакционноспособные серосодержащие соединения, используемые в соответствии с данным изобретением, представляют собой изоцианат-активные серосодержащие соединения, которые содержат по меньшей мере одну функциональную группу, которая доступна для и способна вступать в реакцию с другим полиуретанобразующим компонентом в процессе образования полиуретана, таким образом образующийся полиуретан содержит реакционноспособную бромированную огнестойкую добавку в химически связанной форме. Полагают, что функциональные группы реакционноспособного серосодержащего соединения вступают в реакцию с изоцианатными группами в процессе получения пенополиуретана. Изоцианат-активные группы, как правило, представляют собой аминогруппы (первичные или вторичные) и/или гидроксильные группы. В некоторых вариантах осуществления изобретения предпочтительно наличие двух изоцианат-активных групп.

[0013] В серосодержащем соединении присутствует один или большее количество атомов серы; часто в молекуле имеется два атома серы. В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение имеет два или большее количество атомов серы, указанные атомы серы могут быть соседними друг с другом или могут быть расположены на расстоянии одного или большего количества других атомов в молекуле. Органическая часть молекулы может быть алифатической (линейной, разветвленной или циклической), ароматической, алкарароматической или смесью вышеуказанных.

[0014] В различных вариантах осуществления изобретения изоцианат-активные серосодержащие соединения представляют собой дисульфиды, особенно когда органическая часть дисульфида представляет собой алифатическую прямую цепь, а также серосодержащие ароматические диамины.

[0015] В некоторых вариантах осуществления изобретения реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов. Указанные серосодержащие ароматические диамины, используемые в соответствии с данным изобретением, имеют форму

бензольного кольца, содержащего в кольце две первичные аминогруппы, две метилтиогруппы и метильную группу. Указанные аминогруппы находятся в 3-м и 5-м положениях в кольце; метильная группа находится в 1-м положении; и метилтиогруппы находятся во 2-м и 4-м или 2-м и 6-м положениях в кольце. Серосодержащие ароматические диамины, как правило, коммерчески доступны в качестве удлинителей цепи или отвердителей для использования в образовании полиуретана.

[0016] Специалистам в данной области техники должно быть понятно, что существует несколько способов дать название серосодержащим ароматическим диаминам. Например, 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамин может называться 2,4-диметилтио-6-метил-1,3-бензолдиамином, 2,4-диметилтио-6-метил-1,3-фенилендиамином или 3,5-диметилтио-2,4-диаминотолуолом. Серосодержащими ароматическими диаминами являются 3,5-диметилтиотолуол-2,4-диамин, 3,5-диметилтиотолуол-2,6-диамин и их смеси. В случае, если используется смесь, два серосодержащих ароматических диамина могут находиться в любом количестве по отношению друг к другу, часто в диапазоне от около 90:10 до 10:90 и предпочтительно от около 20:80 до 80:20 по массе от 3,5-диметилтиотолуол-2,4-диамина до 3,5-диметилтиотолуол-2,6-диамина.

[0017] В практике данного изобретения предпочтительной является смесь 3,5-диметилтиотолуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтиотолуол-2,6-диамина, которая коммерчески доступна от Albemarle Corporation как отвердитель Ethacure[®] 300 (E-300), как правило, содержащий от около 75% мас. до около 85% мас. 3,5-диметилтиотолуол-2,4-диамина и от около 15% мас. до около 25% мас. 3,5-диметилтиотолуол-2,6-диамина.

[0018] В других вариантах осуществления изобретения реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, в котором органическая часть предпочтительно представляет собой алифатическую прямую цепь, а реакционноспособные группы представляют собой гидроксигруппы. Предпочтительно, каждая алифатическая часть имеет от одного до около десяти атомов углерода, более предпочтительно от одного до около шести атомов углерода. Предпочтительным дисульфидом является бис(2-гидроксиэтил) дисульфид, который также называется 2-гидроксиэтилдисульфид или 2,2'-дитиодизетанол и местами он встречается в данном документе в виде аббревиатуры BHEDS.

[0019] Изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка содержит по меньшей мере одну функциональную группу, которая доступна для и способна вступать в реакцию с другим полиуретанобразующим компонентом в процессе образования полиуретана, таким образом образующийся полиуретан содержит реакционноспособную бромированную огнестойкую добавку в химически связанной форме. Считается, что в процессе получения пенополиуретана функциональные группы реакционноспособной бромированной огнестойкой добавки вступают в реакцию с изоцианатными группами; как правило, функциональные (реакционноспособные) группы в реакционноспособных бромированных огнестойких добавках представляют собой гидроксильные группы.

[0020] В практике данного изобретения подходящие изоцианат-активные бромированные огнестойкие добавки включают в себя бромированные ароматические диэфиры диолов, 2,3-дибромаллиловый спирт, трибромнеопентиловый спирт, дибромнеопентилгликоль и тетрабромбензолдиметанол. В некоторых вариантах осуществления изобретения 2,3-дибромаллиловый спирт, трибромнеопентиловый спирт и/или бромированный ароматический диэфир диола являются предпочтительными изоцианат-активными бромированными огнестойкими добавками.

[0021] В практике данного изобретения бромированные ароматические диэфиры диолов представляют собой жидкие диоловые сложные эфиры полибромфталевой кислоты или ангидрида, где ароматический фрагмент имеет от 1 до 4, предпочтительно от 2 до 4, более предпочтительно 4 атома брома. Примеры таких соединений представляют собой смешанный сложный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем (огнестойкая добавка Saytex[®] RB-79, Albemarle Corporation). Способы производства таких соединений описаны, например, в Патенте США № 4564697.

[0022] Реакционноспособную бромированную огнестойкую добавку 2,3-дибром-2-пропилен-1-ол часто называют 2,3-дибромаллиловым спиртом или DBAA. DBAA - известная молекула, но она не является коммерчески доступной. Известен синтез DBAA из пропаргилового спирта (2-пропин-1-ола) и элементарного брома (Br₂) при комнатной температуре в растворителе.

[0023] Трибромнеопентиловый спирт является коммерчески доступным, а также он называется трибромидом пентаэритрита и 2,2-бис(бромметил)-3-бромпропан-1-олом.

[0024] Дибромнеопентилгликоль коммерчески доступен, а также он называется дибромидом пентаэритрита и 2,2-бис(бромметил)-3-бромпропан-1-олом.

[0025] Тетрабромбензолдиметанол также называется тетрабром(гидроксиметил)фенилметанолом и тетрабромо-ксилол-диолам. Точнее, тетрабромбензолдиметанол называется 2,3,5,6-тетрабромбензол-1,3-диметанолом, или {2,3,5,6-тетрабром-4-(гидроксиметил)фенил}метанолом, или 2,3,5,6-тетрабром-р-ксилол- α , α' -диолам. Хотя орто- и мета-изомеры известны и применимы, как правило, используемым и коммерчески доступным является пара-изомер.

[0026] В огнестойкой композиции в случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов, относительное количество изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки к серосодержащему ароматическому диамину, как правило, находится в диапазоне от около 0,2:1 до около 6:1 по массе, предпочтительно от около 1:1 до около 6:1. В некоторых вариантах осуществления изобретения относительное количество реакционноспособной бромированной огнестойкой добавки к серосодержащему ароматическому диамину, как правило, находится в диапазоне от около 1,5:1 до около 4:1 по массе; в других вариантах осуществления изобретения относительное количество бромированного ароматического

диэфира диола к серосодержащему ароматическому диамину, как правило, находится в диапазоне от около 3:1 до около 5:1 по массе.

[0027] В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение в огнестойкой композиции представляет собой один или большее количество дисульфидов, относительное количество изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки к дисульфиду, как правило, находится в диапазоне от около 0,75:1 до около 5:1 по массе, предпочтительно от около 1:1 до около 4:1.

[0028] В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов, количества серосодержащего ароматического диамина в огнестойкой композиции, в некоторых вариантах осуществления изобретения, составляют от около 10% мас. до около 45% мас., предпочтительно от около 15% мас. до около 30% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции. В других вариантах осуществления изобретения количества серосодержащего ароматического диамина в огнестойкой композиции составляют от около 0,5% мас. до около 10% мас., предпочтительно от около 1% мас. до около 7% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции.

[0029] В некоторых вариантах осуществления изобретения, в которых реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов, количества изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки в огнестойкой композиции составляют от около 45% мас. до около 80% мас., предпочтительно от около 50% мас. до около 75% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции. Более предпочтительно в случае, если реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой ДВАА, количество составляет от около 50% мас. до 65% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции; в случае, если реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, количество составляет от около 55% мас. до 75% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции.

[0030] В других вариантах осуществления изобретения количества изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки, особенно бромированных ароматических диэфиров диолов, в огнестойкой композиции составляют от около 5% мас. до около 30% мас., предпочтительно от около 10% мас. до около 20% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции.

[0031] В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, количества дисульфида в огнестойкой композиции, в некоторых вариантах осуществления изобретения, составляют от около 10% мас. до около 55% мас., предпочтительно от около 15% мас. до около 25% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции. В других вариантах осуществления изобретения количество дисульфида предпочтительно составляет от около 45% мас. до около 85% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции.

[0032] Еще в других вариантах осуществления изобретения количества изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки, особенно ДВАА, в огнестойкой композиции составляют от около 60% мас. до около 90% мас., предпочтительно от около 75% мас. до около 90% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции, особенно в случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид.

[0033] Огнестойкая композиция может дополнительно содержать трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, иногда упоминаемый как трис(2-хлорпропил)фосфат, особенно в случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов. В случае, если присутствует, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, как правило, используется в количестве от около 50% мас. до около 90% мас., предпочтительно от около 60% мас. до около 85% мас., более предпочтительно от около 70% мас. до около 85% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции. Трис(1-хлор-2-пропил)фосфат предпочтительно используется в комбинации с бромированным ароматическим диэфиром диола.

[0034] Наноглины в огнестойкой композиции представляют собой гидрофильные глины с модифицированной поверхностью, предпочтительно монтмориллонитовые наноглины с модифицированной поверхностью. Более конкретно, наноглины модифицированы соединением амина, содержащим насыщенные гидрокарбильные группы, предпочтительно имеющие от около 8 до около 24 атомов углерода, и имеют средний размер частиц около 25 микрон или менее, предпочтительно от около 20 микрон или менее, более предпочтительно от около 15 микрон до около 20 микрон. Предпочтительной наноглиной является монтмориллонитовая глина с поверхностью, модифицированной от 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и от 15 до 35% мас. октадециламина (Nanomer[®] I,31PS, Sigma-Aldrich). Наноглины, в целом, присутствуют в количестве от около 0,5% мас. до около 5% мас., предпочтительно от около 1% мас. до около 4% мас., более предпочтительно от около 1% мас. до около 3% мас. по отношению к общей массе огнестойкой композиции.

[0035] В некоторых предпочтительных вариантах осуществления изобретения огнестойкая композиция содержит серосодержащий ароматический диамин, изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку и наноглину либо трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, предпочтительно как наноглину, так и трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, особенно в случае, если реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола.

[0036] В других предпочтительных вариантах осуществления изобретения огнестойкая композиция содержит серосодержащий ароматический диамин в качестве изоцианат-активного серосодержащего соединения, а также бромированный ароматический диэфир диола и трибромнеопентиловый спирт в качестве изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки. Еще в других предпочтительных вариантах осуществления изобретения изоцианат-активное серосодержащее соединение

представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой трибромнеопентиловый спирт или 2,3-дибромаллиловый спирт. Более предпочтительно, серосодержащий ароматический диамин в этих вариантах осуществления изобретения представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина.

[0037] В другом предпочтительном варианте осуществления изобретения изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин и дисульфид, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола. Более предпочтительно, серосодержащий ароматический диамин в этих вариантах осуществления изобретения представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина, а дисульфид представляет собой бис(гидроксиэтил)дисульфид.

[0038] Еще в другом предпочтительном варианте осуществления изобретения изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, 2,3-дибромаллиловый спирт и/или трибромнеопентиловый спирт. Предпочтительные комбинации включают в себя дисульфид и бромированный ароматический диэфир диола; дисульфид и 2,3-дибромаллиловый спирт; а также дисульфид и трибромнеопентиловый спирт. Более предпочтительно, дисульфид в этих вариантах осуществления изобретения представляет собой бис(гидроксиэтил)дисульфид.

[0039] В одном из вариантов осуществления изобретения серосодержащий ароматический диамин в огнестойкой композиции представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина, предпочтительно в количестве от около 10% мас. до около 45% мас.; а реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, предпочтительно в количестве от около 50% мас. до около 75% мас., более предпочтительно от около 50% мас. до около 65% мас. Все значения % мас. в этом подразделе относятся к общей массе огнестойкой композиции.

[0040] В другом варианте осуществления изобретения серосодержащий ароматический диамин в огнестойкой композиции представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина, предпочтительно в количестве от около 0,5 до около 10% мас.; реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, который представляет собой смешанный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем, предпочтительно в количестве от около 5% мас. до около 30% мас.; и трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, предпочтительно в количестве от около 50% мас. до около 90% мас., либо монтмориллонитовую глину с модифицированной поверхностью, предпочтительно поверхность монтмориллонитовой

глины модифицирована с использованием от 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и от 15 до 35% мас. октадециламина, присутствующих предпочтительно в количестве от около 0,5% мас. до около 5% мас. Предпочтительно, как трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, так и монтмориллонитовая глина с модифицированной поверхностью присутствуют в огнестойкой композиции. Все значения % мас. в этом подразделе относятся к общей массе огнестойкой композиции.

[0041] Еще в другом варианте осуществления изобретения дисульфид в огнестойкой композиции представляет собой бис(гидроксиэтил)дисульфид, предпочтительно в количестве от около 15% мас. до около 25% мас.; а реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, предпочтительно в количестве от около 75% мас. до около 90% мас.

[0042] Еще в другом варианте осуществления изобретения дисульфид в огнестойкой композиции представляет собой бис(гидроксиэтил)дисульфид, предпочтительно в количестве от около 25% мас. до около 75% мас.; а реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой трибромнеопентиловый спирт, предпочтительно в количестве от около 35% мас. до около 60% мас.

[0043] В другом варианте осуществления изобретения дисульфид в огнестойкой композиции представляет собой бис(гидроксиэтил)дисульфид, предпочтительно в количестве от около 10% мас. до около 60% мас., более предпочтительно от около 15 до 55% мас.; а реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, предпочтительно в количестве от около 35% мас. до около 90% мас., более предпочтительно от около 45% мас. до около 85% мас.

[0044] Составы по изобретению, которые могут быть использованы в качестве стороны В в процессах образования пенополиуретанов, содержат полиол, порообразующую добавку, катализатор, поверхностно-активное вещество и изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку. При производстве состава по изобретению серосодержащий ароматический диамин и реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка могут быть введены по отдельности или в виде огнестойкой композиции по изобретению.

[0045] В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой один или большее количество серосодержащих ароматических диаминов, количество серосодержащего ароматического диамина в указанном составе находится в диапазоне от около 1% мас. до около 20% мас., предпочтительно в диапазоне от около 2% мас. до около 15% мас. и более предпочтительно в диапазоне от около 2% мас. до около 12% мас. в расчете на общую массу состава.

[0046] В указанном составе количество изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавки находится в диапазоне от около 1% мас. до около 25% мас.,

предпочтительно от около 4% мас. до около 20% мас., более предпочтительно от около 4 до около 15% мас. в расчете на общую массу состава.

[0047] В случае, если трис(1-хлор-2-пропил)фосфат присутствует в указанном составе, то он, как правило, присутствует в количестве от около 20% мас. до около 60% мас., предпочтительно от около 20% мас. до около 45% мас., более предпочтительно от около 25% мас. до около 40% мас. в расчете на общую массу состава.

[0048] Количества наноглины в составах по данному изобретению составляют от около 0,5% мас. до около 5% мас., предпочтительно от около 1% мас. до около 4% мас., более предпочтительно от около 1% мас. до около 3% мас. в расчете на общую массу состава.

[0049] В случае, если реакционноспособное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, количество дисульфида в указанном составе находится в диапазоне от около 1% мас. до около 15% мас., предпочтительно в диапазоне от около 3% мас. до около 12% мас. в расчете на общую массу состава.

[0050] Пенополиуретаны получают, как правило, посредством приведения в контакт двух главных жидких компонентов, а именно: полиизоцианатов (сторона А) с полиолами (сторона В). Желательно, чтобы сторона В (в данном документе состав по изобретению), которая включает в себя все компоненты кроме полиизоцианатов, была в виде жидкости. Используемый в данном документе термин «жидкость» означает, что при 22°C состав находится в жидком агрегатном состоянии. Наноглины не являются жидкостями; однако, в случае, если наноглина включена в состав стороны В, указанная наноглина остается суспендированной в растворе в течение как минимум нескольких часов по меньшей мере в лабораторном масштабе.

[0051] В одном из вариантов осуществления изобретения реакционноспособное серосодержащее соединение в указанном составе представляет собой серосодержащий ароматический диамин, который представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина, предпочтительно в количестве от около 2% мас. до около 15% мас.; реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка предпочтительно находится в количестве от около 4% мас. до около 20% мас.; предпочтительно указанная реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт или смешанный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем с трис(1-хлор-2-пропил)фосфатом, предпочтительно в количестве от около 50% мас. до около 70% мас., и/или монтмориллонитовой глиной с модифицированной поверхностью, предпочтительно поверхность монтмориллонитовой глины модифицирована с использованием от 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и от 15 до 35% мас. октадециламина, предпочтительно в количестве от около 1% мас. до около 4% мас. Предпочтительно как трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, так и монтмориллонитовая глина с модифицированной поверхностью присутствуют в указанном составе вместе с серосодержащим ароматическим диамином. Все значения % мас. в этом подразделе основываются на общей массе указанного состава.

[0052] В другом варианте осуществления изобретения реакционноспособное серосодержащее соединение в указанном составе представляет собой дисульфид, который представляет собой бис(2-гидроксиэтил)дисульфид, предпочтительно в количестве от около 3% мас. до около 12% мас.; а реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка предпочтительно находится в количестве от около 5% мас. до около 20% мас.; предпочтительно указанная реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт или трибромнеопентиловый спирт. Все значения % мас. в этом подразделе основываются на общей массе указанного состава.

[0053] Изоцианат-активные бромированные огнестойкие добавки наряду с изоцианат-активными серосодержащими соединениями становятся компонентом пенополиуретана. Это обеспечивает преимущество, заключающееся в том, что эти компоненты не мигрируют из пены, в отличие от других соединений, часто используемых в целях огнестойкости.

[0054] Полиол или полиолы, используемые при образовании пенополиуретанов в практике данного изобретения, могут представлять собой любой полиол, который, как правило, используется для получения жестких пенополиуретанов. Часто используются смеси полиолов, при этом конкретные полиолы выбирают с учетом их влияния на характеристики образующегося пенополиуретана.

[0055] Полиол, как правило, представляет собой полиол или смесь полиолов, имеющие гидроксильные числа в диапазоне от около 100 до около 850 мг КОН/г, предпочтительно в диапазоне от около 110 до около 600 мг КОН/г. В случае, если используются полимерные полиолы, их молекулярные массы, как правило, находятся в диапазоне от около 250 до около 5000, часто от около 400 до около 3000.

[0056] Подходящие для образования пенополиуретанов полиолы включают в себя простые полиэфирполиолы, сложные полиэфирполиолы, алифатические полиолы и полиоксиалкиленгликоли. Могут быть использованы смеси двух или большего количества полиолов. Предпочтительные полиолы для образования жестких пенополиуретанов включают в себя сложные полиэфирполиолы.

[0057] Полиоксиалкиленгликоли, которые могут быть использованы, включают в себя полиоксиэтиленгликоль, полиоксипропиленгликоль и блок- и гетерополиоксиэтилен-полиоксипропиленгликоли.

[0058] Алифатические полиолы, как правило, содержат до около 18 атомов углерода на молекулу. Подходящие алифатические полиолы включают в себя этиленгликоль, пропиленгликоль, изомерные бутиленгликоли, диэтиленгликоль, 1,5-пентандиол, 1,6-гександиол, триэтиленгликоль, глицерин, триметилолэтан, триметилпропан, 1,2,6-гексантиол, пентаэритрит, тетраэтиленгликоль, дипентаэритрит, сорбит, сахарозу и альфа-метилгликозид.

[0059] Простые полиэфирполиолы получают посредством взаимодействия одного или большего количества алкиленоксидов, имеющих от 2 до 8 атомов углерода в алкиленовом радикале, с молекулой инициатора, включающей в себя две или большее

количество гидроксильных групп. Подходящие простые полиэфирполиолы включают в себя простой полиэфирполиол на основе сахарозы/глицерина; сахарозный простой полиэфирполиол на основе глицерина, пропиленоксида и этиленоксида; иницируемые глицерином простые полиэфирполиолы, например, простой полиэфирполиол на основе глицерина/пропиленоксида; и простые полиэфирполиолы на основе основания Манниха.

[0060] Сложные полиэфирполиолы получают посредством полимеризации поликарбоновых кислот или их производных, например, их хлоридов или ангидридов, с полиолом. Подходящие сложные полиэфирполиолы включают в себя ароматические сложные полиэфирполиолы и сложный полиэфирполиол диэтиленгликольфталевого ангидрида.

[0061] Для образования жестких пенополиуретанов количество полиола, как правило, находится в диапазоне от около 40% мас. до около 80% мас. и часто от около 50% мас. до около 70% мас. в расчете на общую массу компонентов стороны В (состава). Эти количества относятся к общему количеству полиола в составе в случае, если присутствует более чем один полиол.

[0062] Порообразующая добавка предпочтительно присутствует в количестве от около 5 до около 25% мас. общей массы указанного состава; более предпочтительно, порообразующая добавка составляет от около 7,5 до около 20% мас. состава. В некоторых вариантах осуществления изобретения порообразующая добавка составляет от около 7,5 до около 15% мас. состава; в других вариантах осуществления изобретения порообразующая добавка составляет от около 10 до около 20% мас. состава.

[0063] Подходящие порообразующие добавки включают в себя воду; галогеноуглероды (полностью галогенированные хлорфтороуглероды), в частности, трихлорфторметан (CFC-11); галогенуглеводороды (водородсодержащие хлорфтороуглероды или HCFC), например, 1,1-дихлор-1-фторэтан (HCFC-141b), 1-хлор-1,1-дифторэтан (HCFC-142b), хлордифторметан (HCFC-22) и транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропилен (HFO-1233zd(E)); частично фторированные углеводороды (HFC), например, 1,1,1,3,3-пентафторпропан (HFC-245fa), 1,1,1,2-тетрафторэтан (HFC-134a), 1,1,1,3,3,3-гексафторпропан (HFC-236fa), 1,1,2,3,3,3-гексафторпропан (HFC-236ea), 1,1,1,4,4,4-гексафторбутан (HFC-356mffm) и 1,2-бис(трифторметил)этилен; а также углеводороды, например, н-пентан, изопентан и циклопентан. Могут быть использованы смеси любых двух или большего количества порообразующих добавок. При образовании жестких пенопластов предпочтительные порообразующие добавки включают в себя воду, 1,1,1,3,3-пентафторпропан, транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропилен, 1,2-бис(трифторметил)этилен, а также смеси воды с 1,1,1,3,3-пентафторпропаном, транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропиленом или 1,2-бис(трифторметил)этиленом. В некоторых случаях в составах, где вода является единственной порообразующей добавкой, допускается 2,3-дибромаллиловый спирт.

[0064] Типы катализаторов, которые могут быть использованы в практике данного изобретения, включают в себя третичные амины, оловянные катализаторы, как правило,

органическое соединение олова, висмутовые катализаторы, другие металлоорганические катализаторы и калиевые соли органических карбоновых кислот. В практике данного изобретения могут быть использованы смеси катализаторов одного и того же типа и/или разных типов. Предпочтительно катализатор присутствует в указанном составе в количестве в диапазоне от около 1% мас. до около 10% мас., более предпочтительно от около 2,5% мас. до около 7,5% мас. в расчете на общую массу состава. В случае, если присутствует более чем один катализатор, эти количества относятся к общему количеству катализатора в составе.

[0065] В катализаторах на основе третичного амина группы в третичном аmine предпочтительно представляют собой алкильные группы; более предпочтительно указанные группы представляют собой кислородсодержащие группы, например, эфирные или насыщенные спиртовые группы. Подходящие третичные амины включают в себя диметилэтиламин, триэтилендиамин, диметилэтиламин, диметилциклогексиламин, диметилбензиламин, тетраметилдипропилентриамин, пентаметилдиэтилентриамин, трис(диметиламинопропил)гидротриазин, 1-метил-4-(2-диметиламиноэтил)пиперазин, 1,4-диаза(2,2,2)бициклооктан, 3-метокси-N, N-диметилпропиламин, N-метилморфолин, N-этилморфолин, N-кокоморфолин, бис(диметиламиноэтиловый) эфир и этаноламиновые катализаторы, например, диметилэтанолламин, 2-(2-диметиламиноэтокси)этанол и N, N,N'-триметиламиноэтил-этанолламин.

[0066] Виды соединений олова, которые могут быть использованы в качестве катализаторов, включают в себя диалкил(диалкилтио) станнаны, соли олова(II) органических карбоновых кислот и соли диалкилолова(IV) карбоновых кислот. Подходящие оловянные катализаторы в практике данного изобретения включают в себя дибутилбис(додецилтио) станнан, октоат олова(II), ацетат олова(II), дилаурат дибутилолова и диацетат диоктилолова.

[0067] Катализатора еще одного типа представляет собой одну или большее количество калиевых солей органических карбоновых кислот. Подходящие калиевые соли включают в себя ацетат калия и октоат калия.

[0068] Поверхностно-активное вещество часто требуется для производства пенополиуретана, причем поверхностно-активные вещества, как правило, используются при образовании пенополиуретанов. Подходящие поверхностно-активные вещества на основе силикона в практике данного изобретения включают в себя силиконовые гликоли, силикон-гликолевые сополимеры, модифицированные полиэфиром полисилоксаны, модифицированные полиэфиром диметилполисилоксаны, например, сополимер полиэфира с полидиметилсилоксаном, сополимеры полисилоксана с полиоксоалкиленом, сополимеры полисилоксана с полиоксоалкиленом, полисилоксановые сополимеры и аналогичные сополимеры. Модифицированные полиэфиром диметилполисилоксаны являются предпочтительными поверхностно-активными веществами на основе силикона. Поверхностно-активное вещество на основе силикона предпочтительно присутствует в

указанном составе в количестве в диапазоне от около 0,5% мас. до около 5% мас., более предпочтительно от около 0,75% мас. до около 3% мас. в расчете на общую массу состава.

[0069] Другие поверхностно-активные вещества, которые могут быть использованы при образовании жестких пенополиуретанов, включают в себя эмульгаторы, например, натриевые соли сульфатов или жирных кислот касторового масла; соли жирных кислот с аминами, например, олеат диэтиламина и стеарат диэтанолamina; соли сульфоновой кислоты, например, соли щелочных металлов или аммония, например, додецилбензолдисульфоновой кислоты и рицинолевой кислоты; этоксилированные алкилфенолы, этоксилированные жирные спирты; эфирные аминовые четвертичные аммониевые соединения; формиат 2-гидроксипропилтриметиламмония; гидроксинилфенил-N-метилглицинат натрия (натриевая соль N-((2-гидрокси-5-нонилфенил)метил)-N-метилглицина) и касторовое масло.

[0070] Одна или большее количество необязательны добавок, которые могут быть включены в состав по изобретению, включают в себя противокислители, разбавители, удлинители цепи или шшиватели, синергисты (предпочтительно меламин), стабилизаторы, фунгистаты, пигменты, красители, наполнители, антистатик и пластификаторы.

[0071] Компоненты указанного состава могут быть объединены в любом порядке; предпочтительно порообразующая добавка является последним добавленным ингредиентом. Более предпочтительно компоненты огнестойкой композиции объединяют с полиолом(ами), а затем с поверхностно-активным веществом, катализатором и любыми необязательными ингредиентами, а затем с порообразующей добавкой.

[0072] Полиизоцианат (компонент стороны А), используемый при образовании пенополиуретанов, включая практику данного изобретения, может представлять собой любой полиизоцианат, который может быть использован для получения жестких пенополиуретанов. В случае, если используется полимерный полиизоцианат, содержание изоцианата (NCO) в нем предпочтительно составляет от около 25% мас. до около 50% мас., предпочтительно от около 25% мас. до около 40% мас.

[0073] При образовании жестких пенополиуретанов используются полиизоцианаты, причем полиизоцианат может быть ароматическим или алифатическим. Подходящие полиизоцианаты для жестких пенополиуретанов в практике данного изобретения включают в себя, но не ограничиваются ими: 1,4-тетраметилендиизоцианат, 1,5-пентаметилендиизоцианат, 2-метил-1,5-пентаметилендиизоцианат, 1,6-гексаметилендиизоцианат (HMDI), 1,7-гептаметилендиизоцианат, 1,10-декаметилендиизоцианат, циклогексилдиизоцианат, изофорондиизоцианат (IPDI), 4,4'-метилендициклогексилдиизоцианат (H12MDI), гексагидротолуолдиизоцианат и изомеры вышеуказанных, 2,2,4-триметилгексаметилендиизоцианат, 2,4,4-триметилгексаметилендиизоцианат, 4,4'-метиленбис(циклогексидиизоцианат), фенилендиизоцианат, толуолдиизоцианат (TDI), ксилолдиизоцианат, другие алкилированные бензольные диизоцианаты, толуолдиизоцианат, 1,5-нафталендиизоцианат, дифенилметандиизоцианат (MDI, иногда называемый

метилендиизоцианатом), 1-метоксифенил-2,4-диизоцианат, 4,4'-дифенилметан диизоцианат, 2,4'-дифенилметандиизоцианат, смеси 4,4'- и 2,4'-дифенилметандиизоцианата, 4,4'-бифенилендиизоцианат, 3,3'-диметокси-4,4'-бифенилдиизоцианат, 3,3'-диметил-4,4'-бифенилдиизоцианат, 4,4',4''-трифенилметантриизоцианат, толуол 2,4,6-триизоцианат, 4,4'-диметилдифенилметан-2,2',5,5'-тетраизоцианат, полимерные полиизоцианаты, например, полиметиленполифенилен полиизоцианат, и смесь любых двух или большего количества вышеуказанных.

[0074] Полиизоцианаты, которые могут быть использованы для образования жестких пенополиуретанов по данному изобретению, включают в себя те изоцианаты, которые принято называть полимерными метилендифенилдиизоцианатами (MDI), форполимеры на основе полиизоцианатов и смеси вышеуказанных. Полимерный MDI содержит различные количества изомерных дифенилметандиизоцианатов и олигомеров с тремя кольцами, четырьмя кольцами и более чем с четырьмя кольцами. В общем, может быть использован любой имеющийся на рынке полимерный MDI, имеющий содержание изоцианата, составляющее около 25% мас. или более. Предпочтительный полимерный MDI имеет содержание изоцианата, составляющее около 30% мас. или более. Пока смесь полиизоцианатов, в целом, остается жидкой, вместе с полимерным MDI в незначительных количествах могут присутствовать другие изоцианаты. Предпочтительно, полиизоцианат представляет собой полимерный MDI.

[0075] Пенополиуретановые композиции по данному изобретению состоят из двух компонентов: стороны А и стороны В. Сторона А представляет собой один или большее количество полиизоцианатов, как описано выше, а сторона В включает в себя состав по данному изобретению. Компоненты стороны А и стороны В, как правило, приводят в контакт в соотношении, составляющем около 1:1 по объему. Реакция образования полиуретана при комнатной температуре, в целом, протекает легко; как правило, сторона А и сторона В начинают вступать во взаимодействие друг с другом, как только их приводят в контакт, и продолжают взаимодействовать (отверждаться) с образованием пенополиуретана. Зачастую смесь для стороны А и стороны В распыляют или отливают для образования пенополиуретана.

[0076] Композиции пенополиуретана по данному изобретению образуются из компонентов стороны А и стороны В, причем сторона А представляет собой полиизоцианат, как описано выше, а сторона В включает в себя состав по изобретению.

[0077] Количество изоцианатов и/или полиизоцианата может быть определено исходя из изоцианатного индекса.

Изоцианатный индекс=Фактическое эквивалентное количество использованного изоцианата x 100

Теоретическое эквивалентное количество реакционноспособных атомов водорода

[0078] Теоретическое эквивалентное количество изоцианата равно одному эквиваленту изоцианата на один эквивалент реакционноспособных атомов водорода со

стороны В. Жесткие пенополиуретаны, как правило, образуются посредством объединения полиизоцианатов с соединениями, имеющими изоцианат-активные атомы водорода (например, гидроксильные группы) в таких количествах, чтобы изоцианатный индекс находился в диапазоне от около 85 до около 1000, предпочтительно от около 95 до около 400, более предпочтительно от около 95 до около 200.

[0079] Для образования пенополиуретанов функциональность (т.е. среднее количество гидроксильных групп на молекулу) состава (стороны В), которая, как правило, обеспечивается полиолом или смесью полиолов, как правило, составляет около 2 или более, предпочтительно от около 2 до около 8; более предпочтительно около 3 или более, а именно, от около 3 до около 8, более конкретно от около 3 до около 7. Моноспирт-активные бромированные огнестойкие добавки, например, 2,3-дибромаллиловый спирт и трибромнеопентиловый спирт, имеют одну функциональную группу (то есть одну гидроксильную группу в молекуле), которая является концевой в цепи, поэтому по меньшей мере часть полиолов в составе имеет три или большее количество гидроксильных групп на молекулу для образования пенополиуретанов. Гидроксильные группы изоцианат-активных бромированных огнестойких добавок включены в расчет средней функциональности стороны В.

[0080] Пенополиуретаны, образованные в этом изобретении, имеют диапазон плотности, который варьируется в зависимости от конечного применения. Для теплоизоляционных пенопластов с открытыми порами диапазон плотности, как правило, составляет от около 0,4 фунтов/фут³ до около 1,2 фунтов/фут³ (от 6,3 кг/м³ до 18,9 кг/м³). Для теплоизоляционных пенопластов с закрытыми порами диапазон плотности, как правило, составляет от около 1,6 фунтов/фут³ до около 3,5 фунтов/фут³ (от 25,6 кг/м³ до 56,1 кг/м³). Для формованных архитектурных пенопластов диапазон плотности, как правило, составляет от около 4,0 фунтов/фут³ до около 31 фунтов/фут³ (от 64,0 кг/м³ до 497 кг/м³).

[0081] Следующие ниже примеры представлены в целях иллюстрации и не предназначены для наложения ограничений на объем данного изобретения.

ПРИМЕРЫ - ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ

[0082] В примерах некоторые из используемых веществ упоминаются под их торговыми названиями. Более конкретно:

Е-300: смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина с 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамином (отвердитель Ethacure[®] 300, Albemarle Corporation).

Saytex[®] RB-79: смешанный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем (огнестойкая добавка Saytex[®] RB-79, Albemarle Corporation).

ДВАА: 2,3-дибромаллиловый спирт.

ВНEDS: бис(2-гидроксиэтил)дисульфид.

ТСРР: трис(1-хлор-2-пропил)фосфат.

ЕВ: 2-бутоксизтанол.

Наноглина: монтмориллонитовая глина, поверхность модифицирована таким образом, чтобы она содержала 0,5-5% мас. аминопропилтриэтоксисилана (Nanomer[®] I. 31PS, Sigma-Aldrich).

Voranol[®] 280: простой полиэфирполиол с функциональностью, составляющей около 7,0, гидроксильным числом, составляющим около 280 и средней молекулярной массой, составляющей около 1400 (Dow Chemical Company).

Terate[®] HT 5349: ароматический сложный полиэфирполиол с функциональностью, составляющей около 2,45 и гидроксильным числом, составляющим 295-315 (Invista).

Stepanpol[®] PS-2412: модифицированный ароматический сложный полиэфирполиол с функциональностью, составляющей около 2,0, гидроксильным числом, составляющим около 240 и средней молекулярной массой, составляющей около 468 (Stepan Chemical Company).

Carpol[®] GP-1500: иницируемый глицерином простой полиэфирполиол с функциональностью, составляющей около 3, гидроксильным числом, составляющим 112 и средней молекулярной массой, составляющей около 1500; **Carpol[®] GP-700:** простой полиэфирполиол на основе глицерина и пропиленоксида с функциональностью, составляющей 3, гидроксильным числом, составляющим 240 и средней молекулярной массой, составляющей около 700 (все материалы Carpol[®] являются продукцией компании Carpenter Company).

Dabco[®] DC193: поверхностно-активное вещество на основе силикона; **Dabco[®] T-120:** дибутилбис(додецилтио) станнан; **Dabco[®] K-15:** октоат калия; **Dabco[®] TMR-2:** формиат 2-гидроксипропилтриметиламмония; **Dabco[®] T:** амин с гидроксильными группами; **Dabco[®] PM-300:** 2-бутоксизтанол (все материалы Dabco[®] являются продукцией компании Air Products and Chemicals, Inc).

Polycat[®] 204: аминный катализатор (Air Products and Chemicals, Inc).

Solstice[®] LBA: транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропилен (Honeywell).

Genetron[®] 245fa: 1,1,1,3,3-пентафторпропан (Honeywell).

Opteon[™] 1100: 1,2-бис(трифторметил)этилен; также называется Formacel[®] 1100 (The Chemours Company).

Papi[®] 27: полимерный MDI (Dow Plastics).

[0083] Для получения каждого пенополиуретана были приготовлены смеси стороны В, отличные от катализатора(ов) (полиолы, поверхностно-активные вещества, реакционноспособная(ые) бромированная(ые) огнестойкая(ие) добавка(и), реакционноспособное серосодержащее соединение и порообразующая добавка). Полиизоцианат и состав стороны В взвесили в бумажных стаканчиках объемом 16 унций (473 мл), а затем перемешивали при 2000 об/мин мешалкой-бабочкой в течение 15 секунд, после чего при продолжающемся перемешивании в смесь ввели катализатор(ы). На отметке 20 секунд перемешивание прекратили. После того, как дали пене осесть в течение по меньшей мере 24 часов, ее разрезали, чтобы получить образцы для испытания в коническом калориметре. Размер образца составлял 4 дюйма x 4 дюйма x 1 дюйм (10,2 см

х 10,2 см х 2,54 см). Каждый образец взвесили для определения плотности пены. Катализатор добавили после приведения в контакт стороны А и стороны В, что связано с обработкой и регулированием по времени в лабораторном масштабе; в больших масштабах катализатор(ы) включены в составы стороны В.

[0084] Измерения методом конической калориметрии проводили на двухконусном калориметре с применением технологии испытаний на огнестойкость согласно стандарту ASTM E-1354. Для примеров 1-2 и 4, для расчетов прогнозируемого индекса задымления при испытаниях методом конической калориметрии, использовали падающий тепловой поток, составляющий 40 кВт/м^2 , а для расчетов прогнозируемого индекса распространения пламени при испытаниях методом конической калориметрии использовали падающий тепловой поток, составляющий 100 кВт/м^2 . В примере 3 как для расчета прогнозируемого индекса задымления, так и для расчета индекса распространения пламени, при испытаниях методом конической калориметрии использовали падающий тепловой поток, составляющий 50 кВт/м^2 . Измерили максимальную скорость тепловыделения (СТВ_{макс}) - максимальное значение выделенного тепла в процессе сжигания образца в коническом калориметре. Профили горения ASTM E-84 для расчета прогнозируемого индекса задымления и для расчетов прогнозируемого индекса распространения пламени были рассчитаны из полученных результатов измерений методом конической калориметрии. Используя математические уравнения, которые были ранее получены посредством конического калориметра и исследования корреляции ASTM E-84, результаты конического калориметра были преобразованы в прогнозируемые числа как в ASTM E-84. Целевое значение для индекса распространения пламени составило менее 25, а целевое значение для индекса задымления составило менее 450. Термин «индекс задымления» сокращенно означает «плотность дымообразования», его также называют «коэффициентом дымообразования» и «индексом плотности дымообразования».

[0085] Для некоторых образцов определили формоустойчивость. Некоторые образцы подвергли испытанию на теплопроводность, а значения R были рассчитаны по теплопроводности. Значение R (или R-значение) является мерой эффективности изоляции или термической устойчивости (способности материала замедлять теплообмен внутри себя) и часто используется в строительной промышленности. Чем более высокое R-значение, тем больше материала предотвращает передачу тепла.

Пример 1 - сравнительный

[0086] В опытах по этому примеру в пену не были включены реакционноспособное серосодержащее соединение, реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка или то и другое. Количества компонентов приведены в таблице 1, в которой все количества указаны в % мас.; результаты приведены в таблице 2.

[0087] Что касается опыта е, то RB-79 и TCPPR добавили в виде предварительно приготовленной смеси огнестойкой добавки Saytex[®] RB-7001. Огнестойкая добавка Saytex[®] RB-7001 представляет собой смесь смешанного эфира тетрабромфталевого

ангидрида с диэтиленгликолем, пропиленгликолем и трис(2-хлорпропил)фосфатом в соотношении 45:55 (Albemarle Corporation).

Таблица 1

Пример 1 - Опыт	a	b	c	d	e	f	g	h
Сторона В								
Вязкость (сП; при 25°C)	1520	1455	-	-	1220	1090	890	1270
E-300	-	4,59	11,97	-	-	-	-	-
ТСРР	-	-	-	11,97	6,58	-	-	7,96
RB-79	-	-	-	-	5,39	-	-	-
ДБАА	-	-	-	-	-	7,38	11,97	4,01
Terate [®] НТ 5349	54,85	51,80	46,91	46,91	46,91	49,95	46,91	48,21
Voranol [®] 280	27,85	26,31	23,82	23,82	23,82	25,37	23,82	24,49
Dabco [®] DC193	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Dabco [®] T-120	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Dabco [®] K-15	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Polycat 204	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
Вода	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80
Solstice [®] LBA	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
Сторона А								
Papi [®] 27	100	100	100	100	100	100	100	100

Таблица 2

Пример 1 - Характеристики пены						
Опыт	a	b	e	f	g	h
E-300	-	2,22% мас.	-	-	-	-
ТСРР	-	-	3,29% мас.	-	-	6,65% мас.
RB-79	-	-	2,70% мас.	-	-	-
ДБАА	-	-	-	3,64% мас.	5,97% мас.	3,35% мас.

Плотность	2,11 фунтов/ф ут ³ (33,8 кг/м ³)	2,18 фунтов/ф ут ³ (34,9 кг/м ³)	2,08 фунтов/ф ут ³ (33,3 кг/м ³)	1,87 фунтов/ф ут ³ (30,0 кг/м ³)	1,77 фунтов/ф ут ³ (28,4 кг/м ³)	1,95 фунтов/ф ут ³ (31,2 кг/м ³)
Максимальная скорость тепловыделения	255	264	213	229	205	201
R-значение	7,84/дюйм м	7,46/дюйм м	7,29/дюйм м	7,38/дюйм м	7,89/дюйм м	7,61/дюйм м
	1,356 м ² К/Вт	1,290 м ² К/Вт	1,261 м ² К/Вт	1,276 м ² К/Вт	1,364 м ² К/Вт	1,316 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	23	20,8	19	21,1	19,5	19,2
Прогнозируемый индекс задымления	81	134	23	16	24	25

Пример 2

[0088] В опытах этого примера в состав пены были включены серосодержащий ароматический диамин и реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка. Серосодержащий ароматический диамин и реакционноспособную бромированную огнестойкую добавку объединили и испытали характеристики этой смеси; результаты сведены в таблицу 3. В опытах этого примера были изготовлены пены с эквивалентным (эквимольярным) содержанием брома. Количество компонентов, использованных при изготовлении пены, приведено в таблице 4; результаты по пенам сведены в таблицу 5.

Таблица 3

Пример 2 - Опыт	1	2	3	4
E-300	27,69% мас.	22,15% мас.	38,36% мас.	32,85% мас.
RB-79	72,31% мас.	57,85% мас.	-	-
DBAA	-	-	61,6% мас.	52,76% мас.
EB	-	20,00%	-	14,39% мас.
Вязкость (25 °С)	31650 сП	450 сП	60 сП	50 сП

Содержание брома	32,9% мас.	26,3% мас.	45,6% мас.	39,0% мас.
Содержание серы	8,3% мас.	6,6% мас.	8,4% мас.	9,8% мас.
Удельный вес	1,585	1,389	1,696	1,516
Число ОН, мг КОН/г	302,4	336,9	361,3	377,7

Таблица 4

Пример 2 - Опыт	1	2	3	4
Сторона В				
Вязкость (25 °С)	2106 сП	1265 сП	960 сП	805 сП
E-300	4,60% мас.	4,60% мас.	4,59% мас.	4,59% мас.
RB-79	12,00% мас.	12,00% мас.	-	-
ДВАА	-	-	7,37% мас.	7,37% мас.
ЕВ	-	4,15% мас.	-	2,00% мас.
Terate [®] НТ 5349	43,84% мас.	41,09% мас.	46,91% мас.	45,58% мас.
Voranol [®] 280	22,26% мас.	20,87% мас.	23,82% мас.	23,15% мас.
Dabco [®] DC193	2,00% мас.	2,00% мас.	2,00% мас.	2,00% мас.
Dabco [®] T-120	0,25% мас.	0,25% мас.	0,25% мас.	0,25% мас.
Dabco [®] K-15	0,25% мас.	0,25% мас.	0,25% мас.	0,25% мас.
Polycat 204	4,00% мас.	4,00% мас.	4,00% мас.	4,00% мас.
Вода	0,80% мас.	0,80% мас.	0,80% мас.	0,80% мас.
Solstice [®] LBA	10,00% мас.	10,00% мас.	10,00% мас.	10,00% мас.
Сторона А				
Papi [®] 27	100% мас.	100% мас.	100% мас.	100% мас.

Таблица 5

Характеристики пены				
Пример 2 - Опыт	1	2	3	4
E-300	2,3% мас.	2,3% мас.	2,30% мас.	2,30% мас.
RB-79	6,00% мас.	6,00% мас.	-	-
ДВАА	-	-	3,68% мас.	3,68% мас.
ЕВ	0% мас.	2,08% мас.	-	1,00% мас.
Плотность	2,02 фунтов/фут ³ (32,4 кг/м ³)	2,05 фунтов/фут ³ (32,8 кг/м ³)	1,92 фунтов/фут ³ (30,8 кг/м ³)	1,86 фунтов/фут ³ (29,8 кг/м ³)
Максимальная скорость тепловыделения	233	237	200	214

R-значение	7,88/дюйм	7,56/дюйм	7,55/дюйм	7,68/дюйм
	1,363 м ² К/Вт	1,307 м ² К/Вт	1,306 м ² К/Вт	1,328 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	19,5	19,4	16	20,7
Прогнозируемый индекс задымления	14	23	27	13

Пример 3

[0089] В опытах этого примера в состав пены были включены серосодержащий ароматический диамин и реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка. В одном из опытов этого примера использовали наноглину. RB-79 и ТСРР добавили в виде огнестойкой добавки Saytex[®] RB-7001; к стороне В смеси добавили дополнительный ТСРР.

[0090] В двух опытах этого примера были изготовлены пены с эквивалентным (эквимольным) содержанием брома. Количество компонентов, использованных при изготовлении пены, представлено в таблице 6. Некоторые из характеристик отверждения пен измерили; результаты сведены в таблицу 7; результаты по пенам также сведены в таблицу 7.

[0091] На **Фиг. 1А** проиллюстрирован фотоснимок, показывающий обуглившееся вещество снизу квадрата из жесткого пенополиуретана, образованного, как в опыте i, в котором ингредиенты включают в себя E-300 и RB-79. На **Фиг. 1В** проиллюстрирован фотоснимок, показывающий обуглившееся вещество снизу квадрата из жесткого пенополиуретана, образованного, как в опыте ii, в котором ингредиенты включают в себя E-300, RB-79 и наноглину. На **Фиг. 2** проиллюстрированы кривые скорости тепловыделения в коническом калориметре для опыта i примера 3 (сплошная линия) и опыта ii примера 3 (пунктирная линия). При добавлении к составу 0,7% мас. наноглины была улучшена огнестойкость пены

Таблица 6

Пример 4 - Опыт	i	ii
Сторона В		
E-300	1,54% мас.	1,54% мас.
RB-79	6,46% мас.	6,46% мас.
ТСРР	30,18% мас.	29,52% мас.
Наноглина	0% мас.	0,66% мас.
Stapanol [®] PS-2412	2,07% мас.	2,07% мас.
Dabco [®] DC193	0,88% мас.	0,88% мас.
Dabco [®] TMR-2	0,86% мас.	0,86% мас.

Dabco [®] K-15	1,29% мас.	1,29% мас.
Dabco [®] T	0,44% мас.	0,44% мас.
Dabco [®] PM-300	0,44% мас.	0,44% мас.
Вода	0,44% мас.	0,44% мас.
Genetron [®] 245fa	7,84% мас.	7,84% мас.
Сторона А		
Papir [®] 27	47,55% мас.	47,55% мас.

Таблица 7

Пример 4 - Состав	Опыт i	Опыт ii (+ глина)
Время старта	9 с	8,72 с
Время гелеобразования	43 с	45 с
Время подъема пены	1 мин 5 с	1 мин 20 с
Время отверждения до отлипа	2 мин 17 с	3 мин 16 с
Плотность	1,89 фунтов/фут ³ (30,3 кг/м ³)	2,01 фунтов/фут ³ (32,2 кг/м ³)
LOI ¹ (индекс предельного окисления)	31,7	31,9
R-значение	5,5/дюйм	5,4/дюйм
	0,951 м ² К/Вт	0,934 м ² К/Вт
Формоустойчивость ² (об. изменение)	-6,62%	-4,42%
Прочность при сжатии	11,2 фунт/кв. дюйм (7,72×10 ⁴ Па)	9,8 фунт/кв. дюйм (6,76×10 ⁴ Па)

¹ Индекс кислородного предела.

² Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при относительной влажности (RH) 95%.

Пример 4

[0092] В опытах этого примера в состав пены были включены дисульфид и реакционноспособная бромированная огнестойкая добавка. В опытах этого примера были изготовлены пены с эквивалентным (эквимольярным) содержанием брома. Количества компонентов, используемых при изготовлении пены, приведены в таблице 8, в которой все количества указаны в % мас.; результаты по пенам сведены в таблицу А ниже.

[0093] Некоторые из опытов, использующих BHEDS в качестве серосодержащего соединения, не были оптимизированы с точки зрения баланса полиола и/или простого

	3 (31,9 кг/м ³)	3 (34,0 кг/м ³)	3 (33,3 кг/м ³)	3 (39,7 кг/м ³)	3 (32,5 кг/м ³)	3 (32,2 кг/м ³)
Формоустойчивость* (об. изменение)	3,99%	-72,6%	-48,85%	1,31%	14,64%	1,49%
Максимальная скорость тепловыделения	229	251	292	696	246	224
R-значение	7,67/дюйм	6,55/дюйм	4,92/дюйм	4,24/дюйм	7,57/дюйм	6,69/дюйм
	1,326 м ² К/Вт	1,133 м ² К/Вт	0,851 м ² К/Вт	0,733 м ² К/Вт	1,309 м ² К/Вт	1,157 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	19,8	22,4	23,3	23,3	21,5	20,3
Прогнозируемый индекс задымления	20	13	326	1509	19	34

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

Таблица В-1

Пример 5 - Опыт	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Сторона В										
Вязкость (25°C)	1180 сП	1405 сП	1810 сП	580 сП	700 сП	1880 сП	1910 сП	1150 сП	1170 сП	1560 сП
E-300	19,03	--	--	--	--	--	--	--	--	11,69
BHEDS	--	19,56	19,29	--	--	--	--	--	--	--
RB-79	--	--	--	--	--	17,72	16,83	--	--	11,18
DBAA	--	--	--	19,63	18,20	--	--	--	--	--
Br ₃ неопентил ОН	--	--	--	--	--	--	--	19,11	17,55	--
Terate [®] НТ 5349	40,22	44,57	49,39	38,69	44,27	40,58	44,91	39,22	44,91	39,28
Voranol [®] 280	21,80	25,08	20,53	22,82	18,67	22,81	19,37	22,82	18,68	18,92

Papir [®] 27	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
-----------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Таблица В-3

Пример 5 - Опыт	23	24	25	26	27	28	29	30
Сторона В								
Вязкость (25°C)	1270 сП	1330 сП	1250 сП	1380 сП	685 сП	1535 сП	715 сП	1285 сП
E-300	--	--	--	--	--	1,94	0,47	--
ВHEDS	6,87	6,90	4,17	22,17	5,34	--	--	4,15
RB-79	8,52	8,55	5,61	1,08	--	11,40	--	11,67
DBAA	--	--	--	3,61	17,42	--	9,50	3,31
Br ₃ неопентилОН	5,72	5,75	14,10	--	1,12	8,22	10,13	0,54
Terate [®] НТ 5349	41,73	41,88	38,84	43,72	38,87	38,71	41,20	38,83
Voranol [®] 280	18,78	18,86	18,75	21,10	18,76	20,87	19,84	22,89
Dabco [®] DC193	1,97	2,00	1,97	2,22	1,97	1,96	1,96	1,97
Dabco [®] Т-120	0,25	0,25	0,25	0,28	0,25	0,25	0,25	0,25
Dabco [®] К-15	0,25	0,25	0,25	0,28	0,25	0,25	0,25	0,25
Polycat 204	3,95	3,96	3,94	4,43	3,94	3,93	3,93	3,94
Вода	0,12	0,20	0,30	--	0,25	0,69	0,69	0,39
Ортеон™ 1100	11,84	11,40	11,82	1,11	11,83	11,78	11,78	11,81
Сторона А								
Papir [®] 27	100	100	100	100	100	100	100	100

Таблица В-4

Пример 5 - Опыт	31	32	33	34	35	36	37	38
Сторона В								
Вязкость (25°C)	1120 сП	1055 сП	1430 сП	1025 сП	940 сП	1105 сП	990 сП	1250 сП
E-300	9,88	9,79	6,48	7,97	8,89	0,19	4,20	2,97
ВHEDS	10,20	10,11	5,42	0,03	3,35	0,84	2,28	1,67
RB-79	0,94	0,94	7,57	6,71	--	10,17	5,09	3,32
DBAA	--	--	--	6,80	3,95	9,46	4,83	3,30
Br ₃ неопентилО Н	--	--	--	--	3,47	--	7,31	2,15
Terate [®] НТ 5349	41,92	41,54	43,03	39,86	38,82	40,93	38,78	44,95
Voranol [®] 280	20,09	19,91	18,97	19,74	22,87	19,60	18,82	22,83
Dabco [®] DC193	2,01	1,99	1,97	1,96	1,97	1,96	1,97	1,96

Dabco® T-120	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Dabco® K-15	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Polycat 204	4,02	3,98	3,94	3,92	3,93	3,93	3,93	3,93
Вода	0,10	--	0,30	0,74	0,45	0,64	0,49	0,64
Opteon™ 1100	10,34	11,24	11,82	11,77	11,80	11,78	11,80	11,78
Сторона А								
Papi® 27	100	100	100	100	100	100	100	100

Таблица С-1

Пример5 - Опыт	1	2	3	4	5	6	7
E-300	19,03% мас.	--	--	--	--	--	--
BHEDS	--	19,56% мас.	19,29% мас.	--	--	--	--
RB-79	--	--	--	--	--	17,72% мас.	16,83% мас.
DBAA	--	--	--	19,63% мас.	18,20% мас.	--	--
Br ₃ неопентилОН	--	--	--	--	--	--	--
Плотность	2,15 фунтов/ф уг ³ (34,4 кг/м ³)	2,08 фунтов/ф уг ³ (33,3 кг/м ³)	3,66 фунтов/ф уг ³ (58,6 кг/м ³)	2,06 фунтов/ф уг ³ (33,0 кг/м ³)	1,93 фунтов/ф уг ³ (30,9 кг/м ³)	2,23 фунтов/ф уг ³ (35,7 кг/м ³)	2,27 фунтов/ф уг ³ (36,4 кг/м ³)
Прочность при сжатии	30,6 фунт/кв. дюйм (2,11×10 ⁵ Па)	15,1 psi (1,04×10 ⁵ Pa)	55,1 psi (3,80×10 ⁵ Pa)	15,9 psi (1,10×10 ⁵ Pa)	15,0 psi (1,03×10 ⁵ Pa)	25,4 psi (1,75×10 ⁵ Pa)	22,3 psi (1,54×10 ⁵ Pa)
Формоустойчивость* (об. изменение)	0,00	-52,58	-8,20	-9,88	-11,44	0,73	2,78
Максимальная скорость тепловыделения	257	290	283	196	181	231	201

R-значение	7,34/дюй	7,12/дюй	7,07/дюй	7,99/дюй	7,65/дюй	8,10/дюй	8,13/дюй
	м	м	м	м	м	м	м
	1,269	1,231	1,223	1,382	1,323	1,401	1,406
	м ² К/Вт						
Прогнозируемый индекс распространения пламени	21,7	22,1	17,3	16,2	16,7	19,8	18,6
Прогнозируемый индекс задымления	32	318	275	39	48	38	28

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

Таблица С-2

Пример5 - Опыт	8	9	10	13	14	15	16
E-300	--	--	11,69% мас.	4,15% мас.	9,01% мас.	19,61% мас.	9,01% мас.
BHEDS	--	--	--	--	--	--	--
RB-79	--	--	11,18% мас.	--	--	--	--
DBAA	--	--	--	--	--	--	--
Вг ₃ неопентилО Н	19,11% мас.	17,55% мас.	--	19,63% мас.	9,26% мас.	4,15% мас.	9,26% мас.
Плотность	2,14 фунтов/ф ут ³ (34,3 кг/м ³)	2,17 фунтов/ф ут ³ (34,8 кг/м ³)	2,11 фунтов/ф ут ³ (33,8 кг/м ³)	2,05 фунтов/ф ут ³ (32,8 кг/м ³)	2,17 фунтов/ф ут ³ (33,8 кг/м ³)	2,16 фунтов/ф ут ³ (34,6 кг/м ³)	2,20 фунтов/ф ут ³ (35,2 кг/м ³)
Прочность при сжатии	18,7 фунт/кв. дюйм (1,29×10 ⁵ Па)	21,0 фунт/кв. дюйм (1,45×10 ⁵ Па)	29,2 фунт/кв. дюйм (2,01×10 ⁵ Па)	22,7 фунт/кв. дюйм (1,57×10 ⁵ Па)	26,5 фунт/кв. дюйм (1,83×10 ⁵ Па)	27,8 фунт/кв. дюйм (1,57×10 ⁵ Па)	28,2 фунт/кв. дюйм (1,92×10 ⁵ Па)
Формоустойчивость* (об.	-0,35	0,56	0,56	-1,93	-3,16	3,36	0,93

изменение)							
Максимальная скорость тепловыделения	180	189	204	187	213	225	205
R-значение	7,74/дюйм	8,05/дюйм	7,62/дюйм	8,22/дюйм	7,89/дюйм	7,72/дюйм	7,56/дюйм
	1,338 м ² К/Вт	1,392 м ² К/Вт	1,318 м ² К/Вт	1,421 м ² К/Вт	1,364 м ² К/Вт	1,335 м ² К/Вт	1,307 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	19,6	15,9	18,7	15,1	19,1	20,2	19,7
Прогнозируемый индекс задымления	67	50	19	37	25	23	26

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

Таблица С-3

Пример 5 - Опыт	11	12	17	18	19	20	21	22
E-300	11,73% мас.	14,52% мас.	--	--	--	--	--	--
BHEDS	--	--	4,17% мас.	11,61% мас.	11,82% мас.	11,82% мас.	8,37% мас.	8,37% мас.
RB-79	--	--	19,69% мас.	10,23% мас.	--	--	--	--
DBAA	11,32% мас.	3,01% мас.	--	--	--	--	9,59% мас.	9,59% мас.
Br ₃ неопенти лОН	--	--	--	--	11,68% мас.	11,68% мас.	--	--
Плотность	2,07 фунтов /фут ³ (33,1 кг/м ³)	2,15 фунтов /фут ³ (34,4 кг/м ³)	2,63 фунтов /фут ³ (42,1 кг/м ³)	2,9163 фунтов /фут ³ (46,6 кг/м ³)	3,0863 фунтов /фут ³ (49,3 кг/м ³)	3,2663 фунтов /фут ³ (52,2 кг/м ³)	2,1163 фунтов /фут ³ (33,8 кг/м ³)	2,6063 фунтов /фут ³ (41,6 кг/м ³)
Прочность	26,1	26,1	29,6	37,4	41,3	38,9	21,0	30,6

при сжатии	фунт/ кв. дюйм (1,80×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (1,80×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (2,04×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (2,58×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (2,85×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (2,68×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (1,45×1 0 ⁵ Па)	фунт/ кв. дюйм (2,11×1 0 ⁵ Па)
Формоустойчивость* (об. изменение)	2,97	0,80	0,12	-0,62	-0,19	1,16	0,66	0,04
Максимальная скорость тепловыделения	229	247	212	223	193	178	189	179
R-значение	7,66/дюйм	7,33/дюйм	7,86/дюйм	8,05/дюйм	7,83/дюйм	8,10/дюйм	8,17/дюйм	8,50/дюйм
	1,325 м ² К/Вт	1,268 м ² К/Вт	1,359 м ² К/Вт	1,392 м ² К/Вт	1,354 м ² К/Вт	1,401 м ² К/Вт	1,413 м ² К/Вт	1,470 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	18,7	24,3	18,0	16,6	16,2	15,1	18,0	14,0
Прогнозируемый индекс задымления	29	25	24	12	19	8	26	28

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

Таблица С-4

Пример 5 - Опыт	23	24	25	26	27	28	29	30
E-300	--	--	--	--	--	1,94% мас.	0,47% мас.	--
ВHEDS	6,87%	6,90%	4,17%	22,17%	5,34%	--	--	4,15%

	мас.	мас.	мас.	мас.	мас.			мас.
RB-79	8,52%	8,55%	5,61%	1,08%	--	11,40%	--	11,67%
	мас.	мас.	мас.	мас.	--	мас.	--	мас.
DBAA	--	--	--	3,61%	17,42%	--	9,50%	3,31%
				мас.	мас.	--	мас.	мас.
Br ₃ неопенти лОН	5,72%	5,75%	14,10%	--	1,12%	8,22%	10,13%	0,54%
	мас.	мас.	мас.	--	мас.	мас.	мас.	мас.
Плотность	2,2463 фунтов /фут ³ (35,9 кг/м ³)	2,2063 фунтов /фут ³ (35,2 кг/м ³)	2,32 фунтов /фут ³ (37,1 кг/м ³)	3,72 фунтов /фут ³ (59,6 кг/м ³)	2,01 фунтов /фут ³ (32,2 кг/м ³)	2,12 фунтов /фут ³ (34,0 кг/м ³)	2,01 фунтов /фут ³ (32,2 кг/м ³)	2,25 фунтов /фут ³ (36,0 кг/м ³)
Прочность при сжатии	26,9 фунт/ кв. дюйм (1,85×1 0 ⁵ Па)	23,5 фунт/кв . дюйм (1,62×1 0 ⁵ Па)	27,7 фунт/ кв. дюйм (1,91×1 0 ⁵ Па)	23,3 фунт/ кв. дюйм (1,61×1 0 ⁵ Па)	12,8 фунт/ кв. дюйм (0,88×1 0 ⁵ Па)	20,5 фунт/ кв. дюйм (1,41×1 0 ⁵ Па)	17,5 фунт/ кв. дюйм (1,71×1 0 ⁵ Па)	24,3 фунт/ кв. дюйм (1,68×1 0 ⁵ Па)
Формоустой чивость* (об. изменение)	4,41	1,04	-1,75	-38,45	-18,63	0,52	2,72	2,08
Максимальн ая скорость тепловыдел ения	230	214	204	221	177	209	203	222
R-значение	7,96/д юйм	8,18/дю йм	8,16/д юйм	6,72/д юйм	7,60/д юйм	7,59/д юйм	8,0/дю йм	7,95/д юйм
	1,377 м ² К/Вт	1,415 м ² К/Вт	1,411 м ² К/Вт	1,162 м ² К/Вт	1,314 м ² К/Вт	1,313 м ² К/Вт	1,383 м ² К/Вт	1,375 м ² К/Вт
Прогнозиру емый индекс распростран	19,3	18,6	17,5	18,4	18,2	19,9	17,2	18,7

ения пламени								
Прогнозиру емый индекс задымления	38	34	32	18	39	45	50	34

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

Таблица С-5

Пример 5 - Опыт	31	32	33	35	34	36	37	38
E-300	9,88% мас.	9,79% мас.	6,48% мас.	8,89% мас.	7,97% мас.	0,19% мас.	4,20% мас.	2,97 % мас.
BHEDS	10,20% мас.	10,11% мас.	5,42% мас.	3,35% мас.	0,03% мас.	0,84% мас.	2,28% мас.	1,67 % мас.
RB-79	0,94% мас.	0,94% мас.	7,57% мас.	--	6,71% мас.	10,17% мас.	5,09% мас.	3,32 % мас.
DBAA	--	--	--	3,95% мас.	6,80% мас.	9,46% мас.	4,83% мас.	3,30 % мас.
Br ₃ неопент илОН	--	--	--	3,47% мас.	--	--	7,31% мас.	2,15 % мас.
Плотность	2,21 фунтов /фут ³ (35,4 кг/м ³)	2,28 фунтов /фут ³ (36,5 кг/м ³)	2,51 фунтов /фут ³ (40,2 кг/м ³)	2,26 фунтов /фут ³ (36,2 кг/м ³)	2,13 фунтов /фут ³ (34,1 кг/м ³)	2,07 фунтов /фут ³ (33,2 кг/м ³)	2,33 фунтов /фут ³ (37,3 кг/м ³)	2,19 фунт ов/фу т ³ (35,1 кг/м ³)
Прочность при сжати	26,5 фунт/ кв. дюйм	28,1 фунт/ кв. дюйм	28,4 фунт/ кв. дюйм	28,7 фунт/ кв. дюйм	20,5 фунт/ кв. дюйм	20,5 фунт/ кв. дюйм	27,0 фунт/ кв. дюйм	27,4 фунт/ кв. дюйм

	(1,83×10 ⁵ Па)	(1,94×10 ⁵ Па)	(1,96×10 ⁵ Па)	(1,98×10 ⁵ Па)	(1,41×10 ⁵ Па)	(1,41×10 ⁵ Па)	(1,86×10 ⁵ Па)	(1,89×10 ⁵ Па)
Формоустойчивость* (об. изменение)	0,91	0,67	1,08	3,25	1,58	0,39	-3,21	-3,99
Максимальная скорость тепловыделения	246	245	210	230	208	215	209	203
R-значение	7,61/дюйм	7,79/дюйм	7,95/дюйм	7,57/дюйм	7,68/дюйм	7,79/дюйм	8,07/дюйм	7,77/дюйм
	1,316 м ² К/Вт	1,347 м ² К/Вт	1,375 м ² К/Вт	1,309 м ² К/Вт	1,328 м ² К/Вт	1,347 м ² К/Вт	1,396 м ² К/Вт	1,344 м ² К/Вт
Прогнозируемый индекс распространения пламени	21,6	21,3	16,3	18,6	17,2	22,3	16,2	17,2
Прогнозируемый индекс задымления	30	19	22	23	29	41	34	15

*Формоустойчивость измеряли при 70°C в течение 14 дней при 95% RH.

[0095] Дополнительные варианты осуществления данного изобретения включают в себя без ограничения:

[0096] А) Огнестойкую композицию, состоящую из или образованную из компонентов, включающих в себя по меньшей мере одно изоцианат-активное серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку, при условии, что в случае, если указанное изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий

ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, то указанная композиция также включает в себя другую бромированную огнестойкую добавку, другое серосодержащее соединение, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и/или монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью.

[0097] В) Огнестойкую композицию по п. А), в которой изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, трибромнеопентиловый спирт и/или бромированный ароматический диэфир диола.

[0098] С) Огнестойкую композицию по п. А), в которой изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, причем изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, при этом указанная композиция дополнительно включает в себя трис(1-хлор-2-пропил)фосфат, а также, необязательно, монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью, и при этом:

серосодержащий ароматический диамин содержится в диапазоне от около 0,5% мас. до около 10% мас.;

бромированный ароматический диэфир диола содержится в диапазоне от около 5% мас. до около 30% мас.; и

трис(1-хлор-2-пропил)фосфат содержится в диапазоне от около 50% мас. до около 90% мас.;

и необязательно монтмориллонитовая наноглина с модифицированной поверхностью содержится в диапазоне от около 0,5% мас. до около 5% мас.,

при этом % мас. основываются на общей массе указанной композиции.

[0099] D) Огнестойкую композицию по любому из пп. А)-С), в которой серосодержащий ароматический диамин представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина.

[0100] E) Состав, включающий в себя по меньшей мере один полиол, по меньшей мере одну порообразующую добавку, по меньшей мере один катализатор, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, по меньшей мере одно изоцианат-активное серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку, при условии, что в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, то указанная композиция также включает в себя другую бромированную огнестойкую добавку, другое серосодержащее соединение, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и/или монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью.

[0101] F) Состав по п. E) в котором:

указанный полиол представляет собой простой полиэфирполиол и/или сложный полиэфирполиол;

функциональность указанного полиола составляет от около 3 до около 7; и/или указанная порообразующая добавка представляет собой воду, 1,1,1,3,3-пентафторпропан, транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропилен и/или 1,2-бис(трифторметил)этилен.

[0102] G) Состав по любому из пп. E)-F), в котором изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, который представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина, в количестве от около 1% мас. до около 20% мас. в расчете на общую массу состава, или дисульфид в количестве от около 1% мас. до около 15% мас. в расчете на общую массу состава; и

изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка выбрана из группы, состоящей из бромированных ароматических диэфиров диолов, 2,3-дибромаллилового спирта, трибромнеопентилового спирта, дибромнеопентилгликоля и тетрабромбензолдиметанола, в количестве от около 1% мас. до около 25% мас. в расчете на общую массу состава.

[0103] H) Состав по любому из пп. E)-G), в котором изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой смешанный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем.

[0104] I) Состав по п. H), дополнительно включающий в себя трис(1-хлор-2-пропил)фосфат в количестве от около 20% мас. до около 45% мас. в расчете на общую массу состава; и необязательно поверхность монтмориллонитовой глины модифицирована с использованием 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и 15 до 35% мас. октадециламина, в количестве от около 0,5% мас. до около 5% мас. в расчете на общую массу состава.

[0105] J) Состав по любому из пп. E)-F), в котором изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, а

изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин в диапазоне от около 2% мас. до около 15% мас. и 2,3-дибромаллиловый спирт в диапазоне от около 4% мас. до около 20% мас.; или

изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид в диапазоне от около 3% мас. до около 12% мас. и 2,3-дибромаллиловый спирт в диапазоне от около 5% мас. до около 20% мас.,

при этом % мас. основываются на общей массе указанной композиции.

[0106] Компоненты, упоминаемые по химическому названию или формуле в любом месте описания или формулы изобретения в данном документе, независимо от того, упоминаются они в единственном или множественном числе, идентифицируются по их существованию до вступления в контакт с другим веществом, упоминаемым по химическому названию или химическому типу (например, другим компонентом, растворителем и т.д.). Не имеет значения, какие химические изменения, превращения и/или взаимодействия, если таковые имеются, происходят в полученной смеси или

растворе, поскольку такие изменения, превращения и/или взаимодействия являются естественным результатом объединения указанных компонентов в условиях, требуемых для данного описания. Таким образом, компоненты идентифицируются как ингредиенты, которые должны быть объединены в связи с выполнением желаемой операции или при формировании желаемой композиции. Кроме того, хотя формула изобретения далее в данном документе может относиться к веществам, компонентам и/или ингредиентам в настоящем времени («содержит», «представляет собой» и т.д.), ссылка относится к веществу, компоненту или ингредиенту в том виде, в каком они существовали в течение времени непосредственно перед первым вступлением в контакт, смешиванием или перемешиванием с одним или большим количеством других веществ, компонентов и/или ингредиентов в соответствии с данным описанием. Тот факт, что вещество, компонент или ингредиент, возможно, утрачивают свою первоначальную идентичность в результате химического взаимодействия или превращения в процессе операций вступления в контакт, смешивания или перемешивания, если они проводятся в соответствии с данным описанием обычным специалистом-химиком, таким образом, свидетельствует об отсутствии практических проблем.

[0107] Данное изобретение может включать в себя, состоять из или по существу состоять из материалов и/или процедур, изложенных в данном документе.

[0108] Используемый в данном документе термин «около», модифицирующий количество ингредиента в композициях по изобретению или используемый в способах по изобретению, относится к изменению численного количества, которое может происходить, например, при стандартных процедурах измерения и обработки жидкости, используемых для приготовления концентратов или при использовании растворов в реальных условиях работы; при непреднамеренной ошибке в этих процедурах; при различиях в производстве, источнике или чистоте ингредиентов, используемых для изготовления композиций или осуществления способов; и аналогичным параметрам. Термин «около» также охватывает количества, которые отличаются из-за различных условий равновесия для композиции, получаемой из конкретной исходной смеси. Независимо от того, модифицирована ли термином «около», формула изобретения включает в себя эквиваленты для количеств.

[0109] За исключением случаев, когда может быть явно указано иное, определения в единственном числе, используемые в данном документе и если они используются, не предназначены для ограничения и не должны рассматриваться как ограничивающие описание или формулу изобретения для отдельного элемента, к которому указанный предмет относится. Скорее, определения в единственном числе, используемые в данном документе и если они используются, предназначены для охвата одного или большего количества таких элементов, если в тексте прямо не указано иное.

[0110] Данное изобретение поддается значительным изменениям при практическом подходе к нему. Следовательно, вышеприведенное описание не предназначено для

ограничения и не должно рассматриваться как ограничивающее данное изобретение конкретными примерами, представленными в данном документе выше.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Огнестойкая композиция, состоящая из или образованная из компонентов, включающих в себя по меньшей мере одно изоцианат-активное серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку при условии, что в случае, если указанное изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, то указанная композиция также включает в себя другую бромированную огнестойкую добавку, другое серосодержащее соединение, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и/или монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью.

2. Огнестойкая композиция по п. 1, отличающаяся тем, что изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка выбрана из группы, состоящей из бромированных ароматических диэфиров диолов, 2,3-дибромаллилового спирта, трибромнеопентилового спирта, дибромнеопентилгликоля и тетрабромбензолдиметанола.

3. Огнестойкая композиция по п. 1, отличающаяся тем, что изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин или дисульфид.

4. Огнестойкая композиция по любому из пп. 1-3, отличающаяся тем, что изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт.

5. Огнестойкая композиция по п. 3, отличающаяся тем, что в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, то изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт или трибромнеопентиловый спирт;

в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, то изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, трибромнеопентиловый спирт или бромированный ароматический диэфир диола.

6. Огнестойкая композиция по п. 3, отличающаяся тем, что изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, при этом указанная композиция дополнительно включает в себя трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и, необязательно, монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью.

7. Огнестойкая композиция по п. 6, в которой монтмориллонитовая наноглина с модифицированной поверхностью, в случае, если присутствует, представляет собой монтмориллонитовую глину с поверхностью, модифицированной с использованием от 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и от 15 до 35% мас. октадециламина.

8. Огнестойкая композиция по любому из пп. 2 или 6-7, отличающаяся тем, что бромированный ароматический диэфир диола представляет собой смешанный эфир тетрабромфталевого ангидрида с диэтиленгликолем и пропиленгликолем.

9. Огнестойкая композиция по п. 5, отличающаяся тем, что

в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, то серосодержащий ароматический диамин содержится в диапазоне от около 10% мас. до около 45% мас., а 2,3-дибромаллиловый спирт содержится в диапазоне от около 50% мас. до около 80% мас.;

в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой

2,3-дибромаллиловый спирт, то дисульфид содержится в диапазоне от около 10% мас. до около 55% мас., а 2,3-дибромаллиловый спирт содержится в диапазоне от около 45% мас. до около 90% мас.;

трибромнеопентиловый спирт, то дисульфид содержится в диапазоне от около 25% мас. до около 75% мас., а трибромнеопентиловый спирт содержится в диапазоне от около 25% мас. до около 75% мас.; или

бромированный ароматический диэфир диола, то дисульфид содержится в диапазоне от около 10% мас. до около 60% мас., а бромированный ароматический диэфир диола содержится в диапазоне от около 35% мас. до около 90% мас.;

при этом % мас. основываются на общей массе указанной композиции.

10. Огнестойкая композиция по любому из пп. 3-5 или 9, отличающаяся тем, что изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой бис(2-гидроксиэтил)дисульфид.

11. Состав, включающий в себя по меньшей мере один полиол, по меньшей мере одну порообразующую добавку, по меньшей мере один катализатор, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, по меньшей мере одно изоцианат-активное серосодержащее соединение и по меньшей мере одну изоцианат-активную бромированную огнестойкую добавку, при условии, что в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, то указанная композиция также включает в себя другую бромированную огнестойкую добавку, другое серосодержащее соединение, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и/или монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью.

12. Состав по п. 11, отличающийся тем, что полиол представляет собой простой полиэфирполиол и/или сложный полиэфирполиол.

13. Состав по п. 11, отличающийся тем, что полиол имеет функциональность от около 3 до около 7.

14. Состав по п. 11, отличающийся тем, что порообразующая добавка представляет собой воду, 1,1,1,3,3-пентафторпропан, транс-1-хлор-3,3,3-трифторпропилен и/или 1,2-бис(трифторметил)этилен.

15. Состав по любому из пп. 11-14, отличающийся тем, что изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин и/или дисульфид; и/или изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка выбрана из группы, состоящей из бромированных ароматических диэфиров диолов, 2,3-дибромаллилового спирта, трибромнеопентилового спирта, дибромнеопентилгликоля и тетрабромбензолдиметанола.

16. Состав по п. 11 или 15, отличающийся тем, что изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт.

17. Состав по п. 15, отличающийся тем, что изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, при этом указанный состав дополнительно включает в себя трис(1-хлор-2-пропил)фосфат; и, необязательно, поверхность монтмориллонитовой глины модифицирована с использованием от 0,5 до 5% мас. аминопропилтриэтоксисилана и от 15 до 35% мас. октадециламина.

18. Состав по любому из пп. 11-15, отличающийся тем, что изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт;

изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой дисульфид, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой 2,3-дибромаллиловый спирт, трибромнеопентилового спирта и/или бромированный ароматический диэфир диола.

19. Состав по любому из пп. 15-18, отличающийся тем, что серосодержащий ароматический диамин представляет собой смесь 3,5-диметилтио-толуол-2,4-диамина и 3,5-диметилтио-толуол-2,6-диамина и/или дисульфид представляет собой бис(2-гидроксиэтил)дисульфид.

20. Жесткий пенополиуретан, образованный из компонентов, включающих в себя полиизоцианат и состав по любому из пп. 11-19.

21. Способ образования жесткого пенополиуретана, включающий в себя: приведение в контакт полиизоцианата А) и состава В), образованного по меньшей мере одним полиолом, по меньшей мере одной порообразующей добавкой, по меньшей мере одним катализатором, по меньшей мере одним поверхностно-активным веществом, по меньшей мере одним изоцианат-активным серосодержащим соединением и по меньшей мере одной изоцианат-активной бромированной огнестойкой добавкой, для образования смеси,

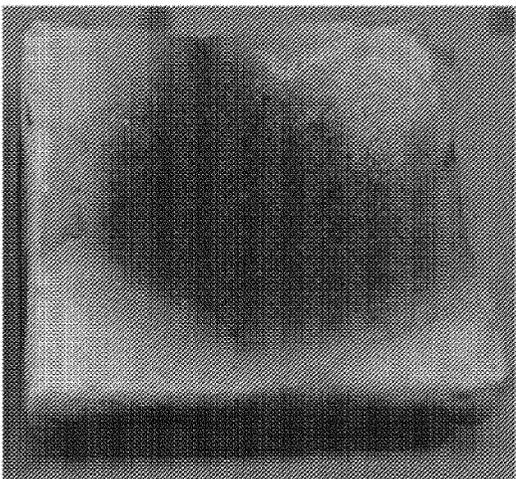
при условии, что в случае, если изоцианат-активное серосодержащее соединение представляет собой серосодержащий ароматический диамин, а изоцианат-активная бромированная огнестойкая добавка представляет собой бромированный ароматический диэфир диола, то указанная композиция также включает в себя другую бромированную огнестойкую добавку, другое серосодержащее соединение, трис(1-хлор-2-пропил)фосфат и/или монтмориллонитовую наноглину с модифицированной поверхностью; и

отверждение смеси с образованием жесткого пенополиуретана.

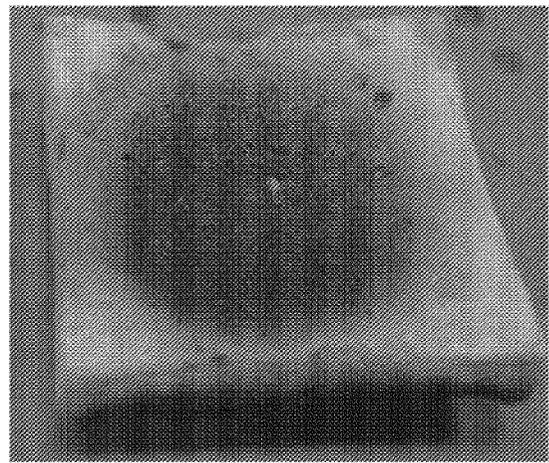
22. Способ по п. 21, отличающийся тем, что А) и В) находятся в таких количествах, что изоцианатный индекс смеси составляет от около 85 до около 1000, и при этом образуется жесткий пенополиуретан.

23. Жесткий пенополиуретан, образованный по п. 21.

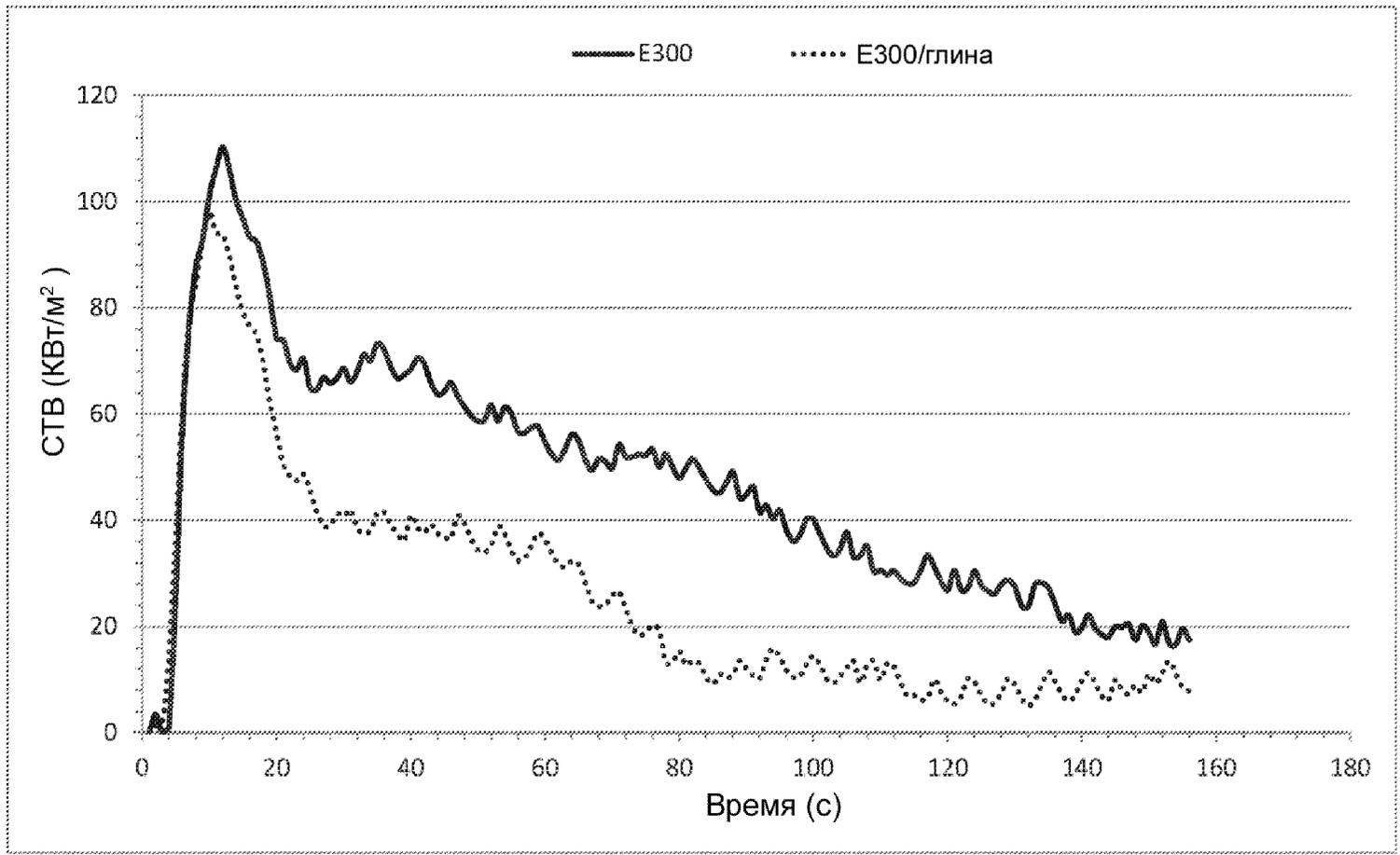
По доверенности



Фиг. 1А



Фиг. 1В



Фиг. 2