

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 202391947 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2023.09.29

(22) Дата подачи заявки  
2021.04.01

(51) Int. Cl. *E03F 1/00* (2006.01)  
*E02B 11/00* (2006.01)  
*C03C 25/34* (2006.01)  
*C08H 7/00* (2011.01)  
*C08L 97/00* (2006.01)  
*C09J 197/00* (2006.01)  
*D04H 1/4209* (2012.01)  
*D04H 1/587* (2012.01)  
*D04H 1/64* (2012.01)

---

(54) СПОСОБ ДРЕНАЖА ВОДЫ

---

(31) PCT/EP2020/059656  
(32) 2020.04.03  
(33) EP  
(62) 202292806; 2021.04.01  
(71) Заявитель:  
РОКВУЛ А/С (DK)

(72) Изобретатель:  
Де Куббер Дан, Йоханссон Дорте  
Бартник, Николич Мирослав, Эмборг  
Михаил (DK)

(74) Представитель:  
Медведев В.Н. (RU)

---

(57) Настоящее изобретение относится к способу дренажа воды, включающему стадии: обеспечения вододренажного устройства, причем вододренажное устройство включает искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией; размещения вододренажного устройства в контакте с грунтом, причем вододренажное устройство поглощает воду и высвобождает воду в приемник; причем водная связующая композиция перед отверждением включает: компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов; компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов; компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

A1

202391947

202391947

A1

## СПОСОБ ДРЕНАЖА ВОДЫ

### Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к способу дренажа воды, вододренажному устройству и к группе двух или более вододренажных устройств.

### Уровень техники

Осадки, такие как дождь, снег, мокрый снег, град, и тому подобные, приводят к накоплению воды, которая должна быть надежно собрана и/или куда-то отведена. Как правило, для сбора избыточной воды и отведения ее в место сбора воды применяют кровельные желоба и системы основного дренажа. Однако часто на грунте остается поверхностная вода, которая может приводить к тому, что грунт становится заболоченным или затопленным.

Известно, что есть устройства, включающие искусственные стекловидные волокна, которые могут поглощать и удерживать избыточную поверхностную воду, и постепенно рассеивать ее обратно в окружающий грунт. Также известно, что есть устройства, которые поглощают избыточную поверхностную воду, и отводят воду куда-нибудь еще.

Патентный документ WO 2013/113410 раскрывает дренажный элемент, сформированный из гидрофильной связанной подложки из искусственных стекловидных волокон, причем подложка из искусственных стекловидных волокон (MMVF) включает искусственные стекловидные волокна, связанные отвержденной связующей композицией, причем MMVF-подложка имеет противоположащие первый и второй концы и канал, протяженный от первого отверстия на первом конце до второго отверстия на втором конце.

Патентный документ WO 2013/072082 раскрывает вододренажный резервуар, включающий связанную подложку из искусственных стекловидных волокон, и трубопровод, имеющий два открытых конца, причем MMVF-подложка включает искусственные стекловидные волокна, связанные отвержденной связующей композицией, причем первый открытый конец трубопровода находится в сообщении по текучей среде с MMVF-подложкой.

Патентный документ WO 2014/029873 раскрывает конструкцию для дренажа поверхностной воды, включающую связанный распределяющий нагрузку слой и дренажный слой, причем дренажный слой сформирован из группы связанных дренажных элементов из искусственных стекловидных волокон (MMVF), причем каждый из дренажных элементов включает искусственные стекловидные волокна, связанные отвержденной связующей композицией, причем дренажный слой находится под распределяющим нагрузку слоем.

Патентный документ WO 2014/029872 раскрывает устройство, включающее связанную подложку из искусственных стекловидных волокон, и по меньшей мере один первый трубопровод и по меньшей мере один второй трубопровод, причем каждый трубопровод имеет первый и второй открытые концы, причем MMVF-подложка включает

искусственные стекловидные волокна, связанные отвержденной связующей композицией, причем первый открытый конец первого трубопровода и первый открытый конец второго трубопровода, в каждом случае независимо, находятся в сообщении по текучей среде с MMVF-подложкой, причем первый трубопровод находится на большей высоте, чем второй трубопровод, причем по меньшей мере часть MMVF-подложки размещена между первым и вторым трубопроводами.

Такие устройства обычно включают фенолформальдегидные смолы и карбамидофенолформальдегидные смолы в качестве связующих материалов. Эти связующие материалы экономичны в производстве и обеспечивают превосходные механические свойства в обращении с ними. Это является весьма важным, так как устройства размещены в глубине грунта и должны быть в состоянии выдерживать условия монтажа, и затем давление сверху грунта во время эксплуатации (например, от транспортных средств).

Однако существующее и предложенное законодательство, направленное на сокращение или устранение эмиссии формальдегида во время изготовления из производственного предприятия, но также в рабочую среду, привело к разработке не содержащих формальдегид связующих материалов. Также существует постоянная тенденция для потребителей предпочитать изделия, которые полностью или по меньшей мере частично получены из возобновляемых материалов, и поэтому существует потребность в создании связующих материалов для водопоглощающих устройств, которые, по меньшей мере частично, сформированы из возобновляемых материалов. Кроме того, известные связующие материалы на основе формальдегида часто включают корродирующие и/или вредные компоненты. Это требует принятия защитных мер для оборудования, и мер для обеспечения безопасности обслуживающего оборудование персонала.

Раньше были предложены не содержащие формальдегид связующие материалы для водопоглощающих устройств. Однако еще существуют некоторые недостатки, связанные с MMVF-продуктами, полученными с этими связующими материалами, в плане низких механических характеристик, когда их сравнивают с MMVF-продуктами, сформированными из фенолформальдегидных смол. В дополнение, такие связующие материалы часто изготовлены из дорогостоящих исходных материалов.

В дополнение, существует непреходящая потребность в улучшении характеристик удерживания воды дренажных устройств, например; накопление, просачивание и дренирование.

Кроме того, известные MMVF-дренажные устройства обычно содержат смачивающие агенты для улучшения гидрофильности. Однако определенные смачивающие агенты могут вымываться из MMVF-продукта со временем. Это является особенно проблематичным, так как дренажные устройства размещены в грунте, и тем самым смачивающий агент может высасываться и загрязнять окружающий грунт. В дополнение, когда смачивающий агент вымывается, значительно изменялись бы

характеристики устройства в отношении дренирования. Наконец, существует постоянная потребность в сокращении числа компонентов, необходимых для получения MMVF-дренажных устройств, как из экологических соображений, так и в отношении экономической эффективности.

Поэтому было бы желательным создание вододренажного устройства, включающего связующий материал, который не содержит формальдегид, но имеет эквивалентные или превосходящие механические свойства при обращении (например, прочность на сжатие) сравнительно с фенолформальдегидными связующими материалами. Было бы желательно, чтобы такой связующий материал имел улучшенные характеристики удерживания воды (например, улучшенные характеристики накопления, просачивания и дренирования). Кроме того, было бы желательно, чтобы такой связующий материал был экономичным в изготовлении, и был бы основан главным образом на возобновляемых источниках. Наконец, было бы желательно, чтобы такой связующий материал не требовал бы дополнительного добавления смачивающего агента, и тем самым предотвращал бы вымывание смачивающих агентов в окружающий грунт.

#### Сущность изобретения

Вододренажное устройство, используемое в настоящем изобретении, разрешает вышеуказанные проблемы.

В первом аспекте представлен способ дренажа воды, включающий стадии:

- обеспечения вододренажного устройства, причем вододренажное устройство включает искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией;

- размещения вододренажного устройства в контакте с грунтом, причем вододренажное устройство поглощает воду и высвобождает воду в приемник;

причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Во втором аспекте изобретения представлено вододренажное устройство, включающее искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией;

причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

В третьем аспекте изобретения представлена группа из двух или более вододренажных устройств, причем вододренажные устройства включают искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией; причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;

- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

В четвертом аспекте изобретения представлен способ получения вододренажного устройства, включающий стадии:

- (i) обеспечения искусственных стекловидных волокон;
  - (ii) распыления на искусственные стекловидные волокна водной связующей композиции;
  - (iii) сбора и уплотнения искусственных стекловидных волокон и отверждения водной связующей композиции с образованием вододренажного устройства;
- причем водная связующая композиция перед отверждением включает:
- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
  - компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
  - компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Авторы настоящего изобретения обнаружили, что можно получать не содержащий формальдегид связующий материал, который приводит к устройству с механическими свойствами при обращении с ним (например, прочностью на сжатие как начальной прочностью, но также как прочностью после старения), эквивалентными устройствам, связанным фенолформальдегидными связующими материалами. Авторы настоящего изобретения также получили такой связующий материал, который приводит к устройствам, которые имеют улучшенные характеристики удерживания воды (например, накопление, просачивание, дренирование), который является весьма полезным для дренажа воды. Авторы настоящего изобретения получили такой связующий материал, который является экономичным, и основан главным образом на возобновляемых источниках. Наконец, этот связующий материал означает, что добавление смачивающего агента в устройство не требуется, предотвращая вымывание смачивающего агента в окружающий грунт и обеспечивая преимущества как в экологическом отношении, так и в плане стоимости.

#### Описание фигур

- Фигуры от 1А до 1Е показывают результаты испытаний на прочность при сжатии.
- Фигура 2 показывает результаты среднего накопления воды.
- Фигура 3 показывает результаты среднего дренирования воды.
- Фигура 4 показывает результаты среднего просачивания воды.
- Фигура 5 схематически показывает вододренажное устройство, полностью заглубленное в грунт и соединенное с кровельными желобами здания.
- Фигура 6 показывает вододренажное устройство, включающее канал.
- Фигура 7 показывает фрагмент возможной структуры лигнина.
- Фигура 8 показывает возможные прекурсоры лигнина и общие межблочные связи.
- Фигура 9 показывает четыре группы технических лигнинов, имеющих в продаже на рынке.
- Фигура 10 показывает обобщение свойств технических лигнинов.

### Подробное описание вариантов осуществления изобретения

Изобретение относится к способу дренажа воды, включающему стадии:

- обеспечения вододренажного устройства, причем вододренажное устройство включает искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией;
- размещения вододренажного устройства в контакте с грунтом, причем вододренажное устройство поглощает воду и высвобождает воду в приемник; причем водная связующая композиция перед отверждением включает:
  - компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
  - компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
  - компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Изобретение относится к дренируемой воде, предпочтительно к дренируемой поверхностной воде. Она может быть отведена для дренирования поверхностной воды с игровых площадок, таких как площадки для детских игр и спортивные площадки. Спортивные площадки включают футбольные поля, поля для регби, крикетные площадки, лужайки для игры в шары, корты для тенниса на траве, поля для гольфа, игровые площадки, атлетические площадки, и конноспортивные комплексы. Она также может быть отведена для дренирования воды из садов, парков или с полей. Она также может быть отведена для дренирования воды с кровельных желобов и дренажных систем зданий или улиц.

Вододренажное устройство имеет свое обычное в технологии значение. Оно представляет собой устройство, которое способно дренировать воду. Под дренажем подразумевают удаление поверхностной воды или подповерхностной воды из области с избыточной водой. Оно может исполнять это поглощением воды и удерживанием ее в своей структуре, или передавать воду в приемник, например, в место сбора воды. Вододренажное устройство согласно изобретению также может быть названо устройством для задерживания воды, или устройством для хранения воды, или устройством для накопления воды. Это обусловлено тем, что оно замедляет поступление воды в места сбора поглощением ее и удерживанием ее внутри своей структуры.

Вододренажное устройство является гидрофильным, то есть, оно привлекает воду. Термин «гидрофильный» имеет свое обычное в технологии значение.

Гидрофильность вододренажного устройства может быть определена в терминах краевого угла с водой. Материал MMVF устройства предпочтительно имеет краевой угол с водой менее 90°. Краевой угол измеряют методом измерения покоящейся капли. Может быть применен любой метод покоящейся капли, например, с использованием гониометра для измерения краевого угла. На практике каплю помещают на твердую поверхность и регистрируют изображение капли во времени. Затем определяют статический краевой угол согласно уравнению Юнга-Лапласа вокруг капли. За краевой угол принимают угол между расчетной функцией формы капли и поверхностью образца, проекция которого в изображении капли считается базовой линией. Равновесные краевые углы используют для

дополнительной оценки и расчета свободной энергии поверхности с использованием метода Оуэнса-Вендта-Рабеля-Кьельбле. Метод расчета краевого угла между материалом и водой является общеизвестным для квалифицированного специалиста.

Гидрофильность дренажного устройства может быть определена гидравлической проводимостью. Дренажное устройство предпочтительно имеет гидравлическую проводимость от 5 м/день до 300 м/день, предпочтительно от 50 м/день до 200 м/день. Гидравлическую проводимость измеряют в соответствии со стандартом ISO 17312:2005. Преимущество этой гидравлической проводимости состоит в том, что дренажное устройство может поглощать избыток воды и отводить ее с достаточной скоростью для предотвращения затопления.

Гидрофильность образца MMVF-подложки также может быть измерена определением времени погружения образца. Для определения времени погружения требуется образец MMVF-подложки, имеющий размеры 100×100×100 мм. Контейнер с минимальным размером 200×200×200 мм наполняют водой. Время погружения представляет собой время от момента, когда образец впервые приходит в контакт с водой, до момента, когда испытательный образец полностью погружается. Образец помещают в контакте с водой таким образом, что он сначала соприкасается с водой в поперечном сечении 100×100 мм. Затем образец будет должен погрузиться на расстояние слегка больше 100 мм, чтобы быть полностью погруженным. Чем быстрее погружается образец, тем более гидрофильным является образец. MMVF-подложку считают гидрофильной, если время погружения составляет менее 120 секунд. Время погружения предпочтительно составляет менее 60 секунд. На практике устройство для дренажа воды может иметь время погружения в пределах немногих секунд, такое как менее 15 секунд.

Способ согласно настоящему изобретению включает вододренажное устройство, включающее искусственные стекловидные волокна (MMVF). Искусственные стекловидные волокна (MMVF) могут иметь любой подходящий оксидный состав. Волокна могут представлять собой стеклянные волокна, керамические волокна, базальтовые волокна, шлаковые волокна, или минеральные или каменные волокна. Волокна предпочтительно относятся к типам, общеизвестным как минеральные, каменные или шлаковые волокна, наиболее предпочтительно каменные волокна.

Каменные волокна, как правило, включают следующие оксиды, в процентах по весу:

SiO<sub>2</sub>: от 30 до 51

CaO: от 8 до 30

MgO: от 2 до 25

FeO (в том числе Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): от 2 до 15

Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O: не более 10

CaO+MgO: от 10 до 30

В предпочтительных вариантах исполнения MMVF имеют следующие уровни содержания элементов, рассчитанные как оксиды, в вес. %:

SiO<sub>2</sub>: по меньшей мере 30, 32, 35 или 37; не более 51, 48, 45 или 43

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: по меньшей мере 12, 16 или 17; не более 30, 27 или 25

CaO: по меньшей мере 8 или 10; не более 30, 25 или 20

MgO: по меньшей мере 2 или 5; не более 25, 20 или 15

FeO (в том числе Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): по меньшей мере 4 или 5; не более 15, 12 или 10

FeO+MgO: по меньшей мере 10, 12 или 15; не более 30, 25 или 20

Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O: нуль или по меньшей мере 1; не более 10

CaO+MgO: по меньшей мере 10 или 15; не более 30 или 25

TiO<sub>2</sub>: нуль или по меньшей мере 1; не более 6, 4 или 2

TiO<sub>2</sub>+FeO: по меньшей мере 4 или 6; не более 18 или 12

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: нуль или по меньшей мере 1; не более 5 или 3

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>: нуль или по меньшей мере 1; не более 8 или 5

Прочие: нуль или по меньшей мере 1; не более 8 или 5

Волокна MMVF, полученные способом согласно изобретению, предпочтительно имеют состав в вес. %:

SiO<sub>2</sub> от 35 до 50

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> от 12 до 30

TiO<sub>2</sub> до 2

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> от 3 до 12

CaO от 5 до 30

MgO до 15

Na<sub>2</sub>O от 0 до 15

K<sub>2</sub>O от 0 до 15

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> до 3

MnO до 3

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> до 3

Еще один предпочтительный состав для MMVF является следующим, в вес. %:

SiO<sub>2</sub> 39-55%, предпочтительно 39-52%

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 16-27%, предпочтительно 16-26%

CaO 6-20%, предпочтительно 8-18%

MgO 1-5%, предпочтительно 1-4,9%

Na<sub>2</sub>O 0-15%, предпочтительно 2-12%

K<sub>2</sub>O 0-15%, предпочтительно 2-12%

R<sub>2</sub>O (Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O) 10-14,7%, предпочтительно 10-13,5%

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0-3%, предпочтительно 0-2%

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (железо в целом) 3-15%, предпочтительно 3,2-8%

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0-2%, предпочтительно 0-1%

TiO<sub>2</sub> 0-2%, предпочтительно 0,4-1%

Прочие 0-2,0%

Стекланные волокна, как правило, включают следующие оксиды, в процентах по



весу:

SiO<sub>2</sub>: от 50 до 70

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: от 10 до 30

CaO: не более 27

MgO: не более 12

Стекланные волокна также могут содержать следующие оксиды, в процентах по весу:

Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O: от 8 до 18, в частности, Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O больше, чем CaO+MgO

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: от 3 до 12

Некоторые составы стекланных волокон могут содержать Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: менее 2%.

Геометрически средний диаметр волокон предпочтительно составляет величину в диапазоне от 1,5 до 10 микрон (мкм), в частности, от 2 до 8 микрон (мкм), более предпочтительно от 2 до 5 микрон (мкм). Авторы настоящего изобретения нашли, что этот диапазон геометрического диаметра волокон оказывает положительное влияние на капиллярность, тем самым улучшая поглощение воды устройством.

Вододренажное устройство предпочтительно включает по меньшей мере 90 вес.% искусственных стекловидных волокон по весу общего содержания твердых веществ в вододренажном устройстве. Преимущество наличия такого количества волокон, присутствующих в вододренажном устройстве, состоит в том, что имеются достаточные поры, образованные между волокнами, чтобы обеспечивать устройству возможность удерживать большие количества воды. Остальное содержание твердых веществ может быть составлено в основном связующим материалом.

Вододренажное устройство предпочтительно находится в форме связанной MMVF-подложки, то есть, связанной массы. То есть, вододренажное устройство предпочтительно представляет собой связанную матрицу из искусственных стекловидных волокон, которая была получена как есть, но также может быть сформирована гранулированием пластины из минеральной ваты и уплотнением гранулированного материала. Связанная подложка представляет собой единую, объединенную подложку.

Вододренажное устройство согласно изобретению необязательно может включать смачивающий агент. Смачивающий агент имеет свое обычное значение в технологии, и может быть катионным, анионным или неионным поверхностно-активным веществом.

Вододренажное устройство может включать неионный смачивающий агент, такой как Rewopal®.

Вододренажное устройство может включать ионное поверхностно-активное вещество, более предпочтительно поверхностно-активное вещество на основе простого алкилэфирсульфата. Смачивающий агент может представлять собой соль простого алкилэфирсульфата со щелочным металлом или простой алкилэфирсульфат аммония. Смачивающий агент предпочтительно представляет собой простой алкилэфирсульфат натрия. Имеющийся в продаже на рынке смачивающий агент на основе простого алкилэфирсульфата как поверхностно-активного вещества представляет собой Техарон®.

Смачивающий агент также может быть анионным поверхностно-активным веществом на основе линейного алкилбензолсульфоната.

Некоторые неионные смачивающие агенты с течением времени могут быть вымыты из вододренажного MMVF-устройства. Поэтому предпочтительно применять ионный смачивающий агент, в частности, анионный смачивающий агент, такой как линейный алкилбензолсульфонат или Техарон®. Они не вымываются из MMVF-устройства до такой же степени.

Вододренажное устройство может включать от 0,01 до 1 вес.% смачивающего агента, предпочтительно от 0,05 до 0,5 вес.% смачивающего агента, более предпочтительно от 0,1 до 0,3 вес.% смачивающего агента.

Однако авторы настоящего изобретения обнаружили, что смачивающий агент не является существенно важным для вододренажного устройства согласно изобретению. Как представляется, это обусловлено природой связующей композиции. Поэтому вододренажное устройство свободно от любого смачивающего агента. Тем самым это значит, что вододренажное устройство предпочтительно свободно от смачивающего агента, то есть, включает 0 вес.% смачивающего агента.

Это обеспечивает ряд преимуществ. Во-первых, сокращено число добавок в устройство, что является экологически благоприятным, и также уменьшает затраты. Смачивающие агенты часто образованы из невозобновляемых источников, так что предпочтительно избегать их применения. В дополнение, смачивающие агенты могут быть вымыты из вододренажного устройства. Это создает проблему, поскольку смачивающий агент может загрязнять окружающий грунт. Когда смачивающий агент вымывается, это также изменяет природу вододренажного устройства, обычно изменяя накопление, дренирование и просачивание, делая затруднительным прогнозирование поведения. Исключением применения смачивающего агента избегают этих проблем.

Вододренажное устройство, включающее MMVF, предпочтительно имеет плотность в диапазоне от 60 до 200 кг/м<sup>3</sup>, в частности, от 130 кг/м<sup>3</sup> до 150 кг/м<sup>3</sup>. Преимущество этой плотности состоит в том, что вододренажное устройство имеет относительно высокую прочность на сжатие. Это важно, так как вододренажное устройство может быть размещено в положении, где должны проходить люди или транспортные средства поверх грунта, в который заделано устройство. Необязательно, на верху вододренажного устройства размещают распределяющую нагрузку плиту, чтобы распределять нагрузки, действующие на вододренажное устройство. Такая распределяющая нагрузку плита предпочтительно не требуется благодаря плотности вододренажного устройства.

Вододренажное устройство, включающее MMVF, предпочтительно имеет объем в диапазоне от 10 литров до 300 литров, предпочтительно от 100 литров до 250 литров, более предпочтительно от 150 литров до 200 литров. Точный объем выбирают согласно объему воды, которая, как ожидается, должна быть обработана. Кроме того, в этой области могут быть использованы многочисленные устройства.

Вододренажное устройство согласно изобретению включает, перед отверждением, водную связующую композицию, включающую:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

В предпочтительном варианте исполнения связующие материалы не содержат формальдегид.

Для цели настоящей заявки, термин «не содержит формальдегид» определяется как характеризующий продукт из минеральной ваты, где эмиссия из продукта из минеральной ваты составляет менее 5 мкг/м<sup>2</sup>/час формальдегида, предпочтительно ниже 3 мкг/м<sup>2</sup>/час. Испытание предпочтительно проводят в соответствии со стандартом ISO 16000 для тестирования эмиссии альдегидов.

#### Компонент (i)

Компонент (i) находится в форме одного или более окисленных лигнинов.

Лигнин, целлюлоза и гемицеллюлоза представляют собой три основных органических соединения в стенке растительной клетки. Лигнин можно рассматривать как клей, который скрепляет целлюлозные волокна друг с другом. Лигнин содержит как гидрофильные, так и гидрофобные группы. Он представляет собой второй наиболее широко распространенный природный полимер в мире, второй только относительно целлюлозы, и его оценивают как составляющий почти 20-30% всего углерода, содержащегося в биомассе, которая в мировом масштабе достигает более 1 миллиарда тонн.

Фигура 7 показывает фрагмент возможной структуры лигнина.

Имеются по меньшей мере четыре группы технических лигнинов, доступных на рынке. Эти четыре группы показаны в Фигуре 9. Возможная пятая группа, биорафинированный лигнин, представляет собой несколько отличный материал, который характеризуется не процессом экстракции, но, вместо этого, условиями происхождения, например, биорафинирования, и тем самым может быть подобен любой из других упомянутых групп, или может отличаться от них. Каждая группа отличается от каждой другой, и каждая пригодна для различных вариантов применения. Лигнин представляет собой сложный неоднородный материал, составленный различными, числом до трех, фенилпропановыми мономерами, в зависимости от источника. Лигнины из древесины мягких пород главным образом сформированы структурными единицами кониферилового спирта, смотри Фигуру 8, и в результате этого они являются более однородными, чем лигнины из древесины твердых пород, которые имеют более высокое содержание сирингилового спирта, смотри Фигуру 8. Внешний вид и консистенция лигнина в значительной мере варьируют, и весьма зависят от условий обработки.

Обобщение свойств этих технических лигнинов показано в Фигуре 10.

Лигносальфонат из процесса сульфитной варки остается наибольшим источником лигнина промышленного производства, в масштабе до 1,4 миллиона тонн. Но, несмотря на

это, процесс сульфатной варки в настоящее время является наиболее широко применяемым способом варки, и постепенно вытесняет сульфитный способ. По оценкам, 78 миллионов тонн лигнина в год по всему миру получают способом сульфатной варки, но большинство его сжигают для производства пара и энергии. Современный уровень производства сульфатной варкой оценивают составляющим 160000 тонн, но источники показывают, что современное производство составляет только около 75000 тонн. Крафт-лигнин извлекают из черного щелока, отработанного щелока из сульфатного, или крафт-процесса. В настоящее время для получения крафт-лигнина применяют 3 общеизвестных способа: LignoBoost, LignoForce и SLRP. Эти 3 способа сходны в том, что они включают добавление  $\text{CO}_2$  для снижения величины pH до 9-10, с последующим подкислением для дополнительного снижения pH приблизительно до 2. Конечная стадия включает некоторую комбинацию промывания, выщелачивания и фильтрации для удаления золы и других загрязнений. Три способа находятся на различных этапах промышленного внедрения в мире.

Сульфатный процесс вводит тиольные группы, стильбен, тогда как остаются некоторые углеводы. Сульфат натрия также присутствует как примесь вследствие осаждения лигнина из щелока действием серной кислоты, но потенциально может быть устранен изменением порядка извлечения лигнина. Сульфатный процесс приводит к большому количеству фенольных гидроксильных групп, и этот лигнин растворим в воде, когда эти группы ионизированы (выше pH~10).

Промышленный крафт-лигнин, как правило, имеет более высокую чистоту, чем лигносульфонаты. Молекулярные массы составляют 1000-3000 г/моль.

Натронный лигнин получают из способов варки с использованием гидроксида натрия, которые главным образом используют для пшеничной соломы, жмыха сахарного тростника и льна. Свойства натронного лигнина подобны крафт-лигнинам в плане растворимости и  $T_g$ . В этом способе не применяют серу, и отсутствует ковалентно связанная сера. Уровень содержания золы очень низок. Натронный лигнин имеет низкую растворимость в нейтральной и кислотной среде, но полностью растворяется при pH 12 и выше.

Лигносульфонатный способ вводит большое количество сульфонатных групп, делающих лигнин растворимым в воде, но также в кислотных водных растворах. Лигносульфонаты имеют до 8% серы в виде сульфоната, тогда как крафт-лигнин имеет 1-2% серы, главным образом связанной с лигнином. Молекулярная масса лигносульфоната составляет 15000-50000 г/моль. Этот лигнин содержит больше остатков углеводов, сравнительно с другими типами, и имеет более высокую молекулярную массу. Типичная гидрофобная сердцевина лигнина вместе с большим количеством ионизированных сульфонатных групп делает этот лигнин привлекательным в качестве поверхностно-активного вещества, и часто находит применение для диспергирования цемента, и так далее.

Еще одну группу лигнинов, которая становится доступной, составляют лигнины,

образованные в процессах биорафинирования, в которых углеводы отделяются от лигнина в результате химических или биохимических процессов с образованием обогащенной углеводами фракции. Этот остаточный лигнин называется биорафинированным лигнином. Биорафинирование сосредоточено на производстве энергии, и получении заменителей продуктов, полученных из ископаемых топлив и нефтехимических продуктов, а также лигнина. Лигнин из этого способа, как правило, рассматривают как малоценный продукт, или даже как отходы, используемые в основном для теплового горения, или используют как низкосортный фураж, или утилизируют иным способом.

Доступность органосольвентного лигнина пока еще считается на уровне полужаводского масштаба. Способ включает экстракцию лигнина с использованием воды вместе с различными органическими растворителями (чаще всего этанолом) и некоторыми органическими кислотами. Преимущество этого способа состоит в высокой чистоте полученного лигнина, но при гораздо более высокой стоимости сравнительно с техническими лигнинами, и с растворимостью в органических растворителях, но не в воде.

Преыдушие попытки использовать лигнин как основное соединение для связующих композиций для минеральных волокон были неудачными, поскольку оказалось затруднительным нахождение подходящих сшивающих агентов, которые обеспечивали бы желательные механические свойства отвержденного продукта из минеральной ваты, и в то же время избегание вредных и/или коррозионно-активных компонентов. В настоящее время лигнин используют для замены получаемых из нефти химикатов, таких как фенол в фенольных смолах, в вариантах применения связующих материалов или в битуме. Его также применяют в виде добавок к цементу и бетону, и в некоторых аспектах в качестве диспергаторов.

Сшивание полимера, как правило, должно обеспечивать улучшенные свойства, такие как механические характеристики, химическая и термическая устойчивость, и т.д. Лигнин особенно богат фенольными и алифатическими гидроксильными группами, которые могут реагировать, приводя к сшитой структуре лигнина. Различные лигнины также будут иметь другие доступные функциональные группы, которые могут быть потенциально использованы. Наличие этих других групп весьма зависит от пути, которым лигнин был отделен от целлюлозы и гемицеллюлозы (тиолы в крафт-лигнине, сульфонаты в лигносульфонате, и т.д.), в зависимости от источника.

Было найдено, что применением окисленных лигнинов могут быть получены связующие композиции для минеральных волокон, которые позволяют обеспечить превосходные свойства образованного из минеральных волокон продукта.

В одном варианте исполнения компонент (i) находится в форме одного или более окисленных крафт-лигнинов.

В одном варианте исполнения компонент (i) находится в форме одного или более окисленных натронных лигнинов.

В одном варианте исполнения компонент (i) находится в форме одного или более

аммонийных окисленных лигнинов. Для цели настоящего изобретения термин «аммонийные окисленные лигнины» следует понимать как лигнин, который был окислен с использованием окислителя в присутствии аммиака. Термин «аммонийный окисленный лигнин» сокращенно обозначают как AOL.

В альтернативном варианте исполнения аммиак частично или полностью заменяют гидроксидом щелочного металла, в частности, гидроксидом натрия и/или гидроксидом калия.

Типичный окислитель, используемый для получения окисленных лигнинов, представляет собой пероксид водорода.

В одном варианте исполнения аммонийный окисленный лигнин включает одно или более соединений, выбранных из группы аммиака, аминов, гидроксидов, или любых их солей.

В одном варианте исполнения компонент (i) имеет содержание карбоксильных кислотных групп от 0,05 до 10 ммол/г, такое как от 0,1 до 5 ммол/г, такое как от 0,20 до 1,5 ммол/г, такое как от 0,40 до 1,2 ммол/г, такое как от 0,45 до 1,0 ммол/г, в расчете на сухой вес компонента (i).

В одном варианте исполнения компонент (i) имеет среднее содержание карбоксильных кислотных групп более, чем 1,5 группы на макромолекулу компонента (i), такое как более 2 групп, такое как более 2,5 групп.

Представляется, что содержание карбоксильных кислотных групп в окисленных лигнинах играет важную роль в неожиданных преимуществах водных связующих композиций для минеральных волокон согласно настоящему изобретению. В частности, представляется, что карбоксильные кислотные группы в окисленных лигнинах улучшают характеристики сшивания, и поэтому позволяют обеспечить лучшие механические свойства отвержденных продуктов из минеральных волокон.

#### Компонент (ii)

Компонент (ii) находится в форме одного или более сшивающих агентов.

В одном варианте исполнения, компонент (ii) включает в одном варианте исполнения один или более сшивающих агентов, выбранных из  $\beta$ -гидроксиалкиламидных сшивающих агентов и/или оксазолиновых сшивающих агентов.

$\beta$ -Гидроксиалкиламидные сшивающие агенты представляют собой отвердитель для содержащих кислотные функциональные группы макромолекул. Он создает твердую, прочную, коррозионностойкую и устойчивую к растворителям шитую полимерную сетчатую структуру. Представляется, что  $\beta$ -гидроксиалкиламидные сшивающие агенты отверждают путем реакции эстерификации с образованием многочисленных сложноэфирных связей. Гидроксильная функциональная группа  $\beta$ -гидроксиалкиламидных сшивающих агентов должна быть в числе в среднем по меньшей мере 2, предпочтительно более, чем 2, и более предпочтительно 2-4, чтобы получать оптимальный результат отверждения.

Содержащие оксазолиновую группу сшивающие агенты представляют собой

полимеры, содержащие одну или более оксазолиновых групп в каждой молекуле, и, как правило, содержащие оксазолины сшивающие агенты могут быть легко получены полимеризацией производных оксазолина. Патент US6818699 B2 представляет изобретение для такого способа.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой эпоксирированное масло на основе триглицерида жирной кислоты.

Следует отметить, что эпоксирированные масла на основе триглицеридов жирных кислот не считаются опасными, и поэтому применение этих соединений в связующих композициях согласно настоящему изобретению не делает эти композиции небезопасными в обращении.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой молекулу, имеющую 3 или более эпоксидных групп.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более гибких олигомеров или полимеров, такие как полимер на акриловой основе с низким значением Tg, такой как полимер на винильной основе с низким Tg, такой как простой полиэфир с низким Tg, который содержит реакционноспособные функциональные группы, такие как карбодииимидные группы, такие как ангидридные группы, такие как оксазолиновые группы, такие как аминогруппы, такие как эпоксидные группы.

В одном варианте исполнения компонент (ii) выбирают из группы, состоящей из сшивающих агентов, принимающих участие в реакции отверждения, таких как гидроксилалкиламид, алканоламин, продукт реакции алканоламина и поликарбоновой кислоты. Продукт реакции алканоламина и поликарбоновой кислоты можно найти в патентном документе US6706853B1.

Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что очень благоприятные свойства водных связующих композиций обусловлены взаимодействием окисленных лигнинов, используемых в качестве компонента (i), и упомянутых выше сшивающих агентов. Представляется, что присутствие карбоксильных кислотных групп в окисленных лигнинах позволяет обеспечить весьма эффективное сшивание окисленных лигнинов.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из полифункциональных органических аминов, таких как алканоламин, диамины, такие как гексаметилдиамин, триамины.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленimina, поливиниламина, жирных аминов/аминов жирных кислот.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более жирных амидов/амидов жирных кислот.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из диметоксиэтаналя, гликолевого

альдегида, глиоксалевой кислоты.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из сложнополиэфирных полиолов, таких как поликапролактон.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из крахмала, модифицированного крахмала, карбоксиметилцеллюлозы (СМС).

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов в форме алифатических полифункциональных карбодиимидов.

В одном варианте исполнения компонент (ii) представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из сшивающих агентов на основе меламина, таких как сшивающие агенты на основе гексакис(метилметокси)меламина (НМММ).

Примерами таких соединений являются Picassian XL 701, 702, 725 (фирмы Stahl Polymers), такие как ZOLDINE® XL-29SE (фирмы Angus Chemical Company), такие как CX300 (DSM), такие как Carbodilite V-02-L2 (фирмы Nisshinbo Chemical Inc.).

Компонент (ii) также может представлять собой любую смесь упомянутых выше соединений.

В одном варианте исполнения связующая композиция согласно настоящему изобретению включает компонент (ii) в количестве от 1 до 40 вес.%, таком как от 4 до 20 вес.%, таком как от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

#### Компонент (iii)

Компонент (iii) находится в форме одного или более пластификаторов.

В одном варианте исполнения компонент (iii) находится в форме одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиолов, таких углеводов, гидрированные сахара, такие как сорбит, эритрит, глицерина, моноэтиленгликоля, полиэтиленгликолей, простых эфиров полиэтиленгликоля, простых полиэфиров, фталатов и/или кислот, таких как адипиновая кислота, ванилиновая кислота, молочная кислота и/или феруловая кислота, акриловых полимеров, поливинилового спирта, полиуретановых дисперсий, этиленкарбоната, пропиленкарбоната, лактонов, лактамов, лактидов, полимеров на акриловой основе со свободными карбоксильными группами, и/или полиуретановых дисперсий со свободными карбоксильными группами, полиамидов, амидов, таких как карбамид/мочевина, или любых смесей их.

В одном варианте исполнения компонент (iii) находится в форме одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из карбонатов, таких как этиленкарбонат, пропиленкарбонат, лактонов, лактамов, лактидов, соединений со структурой, подобной лигнину, таких как ванилин, ацетосирингон, растворителей, используемых как коагуляторы, таких как простые эфиры спиртов, поливиниловый спирт.

В одном варианте исполнения компонент (iii) находится в форме одного или более нереакционноспособных пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленгликолей, простых эфиров полиэтиленгликоля, простых полиэфиров,



гидрированных сахаров, фталатов и/или других сложных эфиров, растворителей, используемых в качестве коагуляторов, таких как простые эфиры спиртов, акриловые полимеры, поливиниловый спирт.

В одном варианте исполнения компонент (iii) представляет собой один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из карбонатов, таких как этиленкарбонат, пропиленкарбонат, лактонов, лактамов, лактидов, ди- и трикарбоновых кислот, таких как адипиновая кислота, или молочная кислота, и/или ванилиновая кислота, и/или феруловая кислота, полиуретановых дисперсий, полимеров на акриловой основе со свободными карбоксильными группами, соединений со структурой, подобной лигнину, таких как ванилин, ацетосирингон.

В одном варианте исполнения компонент (iii) находится в форме одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алифатических спиртов, одноатомных спиртов, таких как пентанол, стеариловый спирт.

В одном варианте исполнения компонент (iii) включает один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленгликолей, простых эфиров полиэтиленгликоля.

Еще один конкретный неожиданный аспект настоящего изобретения состоит в том, что применение пластификаторов, имеющих температуру кипения более 100°C, в частности, от 140 до 250°C, значительно улучшает механические свойства продуктов из минеральной ваты согласно настоящему изобретению, хотя, ввиду их температуры кипения, возможно, что эти пластификаторы будут, по меньшей мере частично, испаряться во время отверждения водных связующих материалов в контакте с минеральными волокнами.

В одном варианте исполнения компонент (iii) включает один или более пластификаторов, имеющих температуру кипения более 100°C, такую как от 110 до 280°C, более предпочтительно от 120 до 260°C, более предпочтительно от 140 до 250°C.

Представляется, что эффективность этих пластификаторов в водных связующих композициях связана с эффектом повышения подвижности окисленных лигнинов во время процесса отверждения. Представляется, что повышенная подвижность лигнинов или окисленных лигнинов во время процесса отверждения облегчает эффективное сшивание.

В одном варианте исполнения компонент (iii) включает один или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 150 до 50000 г/моль, в частности, от 150 до 4000 г/моль, более конкретно, от 150 до 1000 г/моль, предпочтительно от 150 до 500 г/моль, более предпочтительно от 200 до 400 г/моль.

В одном варианте исполнения компонент (iii) включает один или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 4000 до 25000 г/моль, в частности, от 4000 до 15000 г/моль, более конкретно, от 8000 до 12000 г/моль.

В одном варианте исполнения компонент (iii) способен образовывать ковалентные связи с компонентом (i) и/или компонентом (ii) во время процесса отверждения. Такой

компонент не испарялся бы и оставался как часть композиции, но будет эффективно изменяться, чтобы не обуславливать нежелательные побочные эффекты, например, поглощение воды отвержденным продуктом. Неограничивающими примерами такого компонента являются капролактон и полимеры на акриловой основе со свободными карбоксильными группами.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из группы, состоящей из алифатических спиртов, одноатомных спиртов, таких как пентанол, стеариловый спирт.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алкоксилатов, таких как этоксилаты, такие как этоксилаты бутанола, такие как бутокситриглицоль.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пропиленгликолей.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более сложных эфиров гликолей.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из адипинатов, ацетатов, бензоатов, циклобензоатов, цитратов, стеаратов, сорбатов, себацинатов, азелаинатов, бутиратов, валератов.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из фенольных производных, таких как алкил- или арилзамещенные фенолы.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из силанолов, силоксанов.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из сульфатов, таких как алкилсульфаты, сульфонов, таких как алкиларилсульфонаты, таких как алкилсульфонаты, фосфатов, таких как триполифосфаты; таких как трибутилфосфаты.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одной или более оксикислот.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из мономерных амидов, таких как ацетамиды, бензамид, амиды жирных кислот, таких как амиды таллового масла.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из четвертичных аммониевых соединений, таких как триметилглицин, хлорид дистеарилдиметиламмония.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из растительных масел, таких как касторовое масло, пальмовое масло, льняное масло, талловое масло, соевое масло.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из гидрированных масел,

ацетилованных масел.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более метиловых сложных эфиров жирных кислот.

В одном варианте исполнения компонент (iii) выбирают из одного или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алкилполиглюкозидов, глюконамидов, аминоглюкозамидов, сложных эфиров сахаров, сложных эфиров сорбитана.

Неожиданно было найдено, что включение пластификаторов в водные связующие композиции весьма значительно улучшает механические свойства вододренажного устройства согласно изобретению.

Термин «пластификатор» подразумевает вещество, которое добавляют к материалу, чтобы сделать материал более мягким, более гибким (снижением температуры Tg стеклования), и упростить процесс.

Компонент (iii) также может быть любой смесью вышеуказанных соединений.

В одном варианте исполнения компонент (iii) присутствует в количестве от 0,5 до 50, предпочтительно от 2,5 до 25, более предпочтительно от 3 до 15 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

Водная связующая композиция для минеральных волокон, включающая компоненты (i) и (iia)

В одном варианте осуществления настоящее изобретение направлено на водную связующую композицию для минеральных волокон, включающую:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (iia) в форме одного или более модификаторов.

Авторы настоящего изобретения нашли, что превосходные связующие свойства также могут быть достигнуты двухкомпонентной системой, которая включает компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов, и компонент (iia) в форме одного или более модификаторов, и необязательно любым из других компонентов, упомянутых выше и ниже.

В одном варианте исполнения компонент (iia) представляет собой модификатор в форме одного или более соединений, выбранных из группы, состоящей из эпоксирированных масел на основе триглицеридов жирных кислот.

В одном варианте исполнения компонент (iia) представляет собой модификатор в форме одного или более соединений, выбранных из молекул, имеющих 3 или более эпоксидных групп.

В одном варианте исполнения компонент (iia) представляет собой модификатор в форме одного или более гибких олигомеров или полимеров, таких как полимер на акриловой основе с низким значением Tg, таких как полимер на винильной основе с низким Tg, таких как простой полиэфир с низким Tg, который содержит реакционноспособные функциональные группы, такие как карбодимидные группы, такие как ангидридные группы, такие как оксазолиновые группы, такие как аминогруппы, такие

как эпоксидные группы.

В одном варианте исполнения компонент (iia) представляет собой один или более модификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленimina, поливиниламина, жирных аминов/аминов жирных кислот.

В одном варианте исполнения компонент (iia) представляет собой один или более модификаторов, выбранных из алифатических полифункциональных карбодиимидов.

Компонент (iia) также может быть смесью вышеупомянутых соединений.

Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что превосходные связующие свойства, достигаемые связующей композицией для минеральных волокон, включающей компоненты (i) и (iia), и, необязательно, дополнительные компоненты, по меньшей мере частично обусловлены тем эффектом, что модификаторы, используемые как компоненты (iia), по меньшей мере частично, служат как исполняющие функцию пластификатора и сшивающего агента.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает компонент (iia) в количестве от 1 до 40 вес.%, таком как от 4 до 20 вес.%, таком как от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

#### Дополнительные компоненты

В некоторых вариантах исполнения водная связующая композиция включает дополнительные компоненты.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает катализатор, выбранный из неорганических кислот, таких как серная кислота, сульфаминовая кислота, азотная кислота, борная кислота, фосфорноватая кислота, и/или фосфорная кислота, и/или любые их соли, такие как гипофосфит натрия, и/или аммониевые соли, такие как аммониевые соли серной кислоты, сульфаминовой кислоты, азотной кислоты, борной кислоты, фосфорноватой кислоты, и/или фосфорной кислоты. Присутствие такого катализатора может улучшать характеристики отверждения водных связующих композиций.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает катализатор, выбранный из кислот Льюиса, которые могут принимать электронную пару от донорного соединения с образованием аддукта Льюиса, таких как  $ZnCl_2$ ,  $Mg(ClO_4)_2$ ,  $Sn[N(SO_2-n-C_8F_{17})_2]_4$ .

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает катализатор, выбранный из хлоридов металлов, таких как  $KCl$ ,  $MgCl_2$ ,  $ZnCl_2$ ,  $FeCl_3$  и  $SnCl_2$ .

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает катализатор, выбранный из металлоорганических соединений, таких как катализаторы на основе титанатов и катализаторы на основе олова.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает катализатор, выбранный из хелатирующих реагентов, таких как переходные металлы, такие как ионы железа, ионы хрома, ионы магния, ионы меди.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает дополнительный компонент (iv) в форме одного или более силанов.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает дополнительный компонент (iv) в форме одного или более связующих веществ, таких как органofункциональные силаны.

В одном варианте исполнения компонент (iv) выбирают из группы, состоящей из органofункциональных силанов, таких как первичные и вторичные функционализированные аминогруппами силаны, функционализированные эпоксидными группами силаны, такие как полимерные или олигомерные функционализированные эпоксидными группами силаны, функционализированные метакрилатами силаны, функционализированные алкильными и арильными группами силаны, функционализированные мочевиной силаны, или функционализированные винильными группами силаны.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция дополнительно включает компонент (v) в форме одного или более компонентов, выбранных из группы аммиака, аминов, или любых их солей.

Авторы настоящего изобретения нашли, что введение аммиака, аминов или любых их солей в качестве дополнительного компонента, в частности, может быть полезным, когда окисленные лигнины используют в компоненте (i), причем окисленный лигнин не был окислен в присутствии аммиака.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция дополнительно включает дополнительный компонент в форме мочевины, в частности, в количестве от 5 до 40 вес.%, таком как от 10 до 30 вес.%, от 15 до 25 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

В одном варианте исполнения водная связующая композиция дополнительно включает дополнительный компонент в форме одного или более углеводов, выбранных из группы, состоящей из сахарозы, восстанавливающих сахаров, в частности, декстрозы, полисахаридов, и их смесей, предпочтительно декстринов и мальтодекстринов, более предпочтительно крахмальной патоки, и более предпочтительно крахмальной патоки с декстрозным эквивалентным числом DE=от 30 до менее 100, таким как

DE=от 60 до менее 100, таким как DE=60-99, таким как DE=85-99, таким как DE=95-99.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция дополнительно включает дополнительный компонент в форме одного или более углеводов, выбранных из группы, состоящей из сахарозы и восстанавливающих сахаров, в количестве от 5 до 50 вес.%, таком как от 5 до менее 50 вес.%, таком как от 10 до 40 вес.%, таком как от 15 до 30 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

В контексте настоящего изобретения связующую композицию, имеющую содержание сахара 50 вес.% или более, в расчете на сухой вес связующих компонентов, рассматривают как связующий материал на основе сахара. В контексте настоящего

изобретения связующую композицию, имеющую содержание сахара менее 50 вес.%, в расчете на сухой вес связующих компонентов, рассматривают как связующий материал на несахарной основе.

В одном варианте исполнения водный адгезив дополнительно включает дополнительный компонент в форме одного или более поверхностно-активных веществ, которые находятся в форме неионных и/или ионных эмульгаторов, таких как лауриловый простой эфир полиоксиэтилена (4), таких как соевый лецитин, таких как додецилсульфат натрия.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает

- компонент (i) в форме одного или более аммонийных окисленных лигнинов, имеющих содержание карбоксильных кислотных групп от 0,05 до 10 ммол/г, такое как от 0,1 до 5 ммол/г, такое как от 0,20 до 1,5 ммол/г, такое как от 0,40 до 1,2 ммол/г, такое как от 0,45 до 1,0 ммол/г, в расчете на сухой вес компонента (i);

- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов, выбранных из  $\beta$ -гидроксиалкиламидных сшивающих агентов и/или оксазолиновых сшивающих агентов, и/или одного или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из полифункциональных органических аминов, таких как алканоламин, диамины, такие как гексаметилдиамин, триамины;

- компонент (iii) в форме одного или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 150 до 50000 г/моль, в частности, от 150 до 4000 г/моль, более конкретно, от 150 до 1000 г/моль, предпочтительно от 150 до 500 г/моль, более предпочтительно от 150 до 300 г/моль, или одного или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 4000 до 25000 г/моль, в частности, от 4000 до 15000 г/моль, более конкретно, от 8000 до 12000 г/моль; причем водная связующая композиция предпочтительно включает компонент (ii) в количестве от 1 до 40 вес.%, таком как от 4 до 20 вес.%, от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i), и (iii) присутствует в количестве от 0,5 до 50, предпочтительно от 2,5 до 25, более предпочтительно от 3 до 15 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает

- компонент (i) в форме одного или более аммонийных окисленных лигнинов, имеющих содержание карбоксильных кислотных групп от 0,05 до 10 ммол/г, такое как от 0,1 до 5 ммол/г, такое как от 0,20 до 1,5 ммол/г, такое как от 0,40 до 1,2 ммол/г, такое как от 0,45 до 1,0 ммол/г, в расчете на сухой вес компонента (i);

- компонент (ia) в форме одного или более модификаторов, выбранных из эпоксирированных масел на основе триглицеридов жирных кислот.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает

- компонент (i) в форме одного или более аммонийных окисленных лигнинов, имеющих среднее содержание карбоксильных кислотных групп более, чем 1,5 группы на макромолекулу компонента (i), такое как более, чем 2 группы, такое как более, чем 2,5 группы;

- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов, выбранных из  $\beta$ -гидроксиалкиламидных сшивающих агентов и/или оксазолиновых сшивающих агентов, и/или представляет собой один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из полифункциональных органических аминов, таких как алканоламин, диамины, такие как гексаметилдиамин, триамины;

- компонент (iii) в форме одного или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 150 до 50000 г/моль, в частности, от 150 до 4000 г/моль, более конкретно, от 150 до 1000 г/моль, предпочтительно от 150 до 500 г/моль, более предпочтительно от 150 до 300 г/моль, или одного или более полиэтиленгликолей, имеющих среднюю молекулярную массу от 4000 до 25000 г/моль, в частности, от 4000 до 15000 г/моль, более конкретно, от 8000 до 12000 г/моль; причем водная связующая композиция предпочтительно включает компонент (ii) в количестве от 1 до 40 вес.%, таком как от 4 до 20 вес.%, от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i), и (iii) присутствует в количестве от 0,5 до 50, предпочтительно от 2,5 до 25, более предпочтительно от 3 до 15 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

В одном варианте исполнения водная связующая композиция включает

- компонент (i) в форме одного или более аммонийных окисленных лигнинов, имеющих среднее содержание карбоксильных кислотных групп более, чем 1,5 группы на макромолекулу компонента (i), такое как более, чем 2 группы, такое как более, чем 2,5 группы;

- компонент (iia) в форме одного или более модификаторов, выбранных из эпоксицированных масел на основе триглицеридов жирных кислот.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция по существу состоит из

- компонента (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонента (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонента (iii) в форме одного или более пластификаторов;
- компонента (iv) в форме одного или более связующих веществ, таких как органофункциональные силаны;
- необязательно, компонента в форме одного или более соединений, выбранных из группы аммиака, аминов, или любых их солей;
- необязательно, компонента в форме мочевины;
- необязательно, компонента в форме более реакционноспособных или нереакционноспособных силиконов;
- необязательно, углеводородного масла;
- необязательно, одного или более поверхностно-активных веществ;
- воды.

В одном варианте исполнения водная связующая композиция по существу состоит из

- компонента (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;

- компонента (iia) в форме одного или более модификаторов, выбранных из эпоксицированных масел на основе триглицеридов жирных кислот;
- компонента (iv) в форме одного или более связующих веществ, таких как органофункциональные силаны;
- необязательно, компонента в форме одного или более соединений, выбранных из группы аммиака, аминов, или любых их солей;
- необязательно, компонента в форме мочевины;
- необязательно, компонента в форме более реакционноспособных или нереакционноспособных силиконов;
- необязательно, углеводородного масла;
- необязательно, одного или более поверхностно-активных веществ;
- воды.

Вододренажное устройство предпочтительно включает от 1,0 вес.% до 6,0 вес.% отвержденной связующей композиции, предпочтительно от 2,5 вес.% до 4,5 вес.%, наиболее предпочтительно от 3,0 вес.% до 3,8 вес.%, в расчете на вес вододренажного устройства. Определение содержания связующего материала выполняют согласно стандарту DS/EN13820:2003. Содержание связующего материала принимают как потерю на угар. Содержание связующего материала включает любые связующие добавки.

Вышеописанные окисленные лигнины в водной связующей композиции могут быть получены следующим образом.

#### Способ I получения окисленных лигнинов

Окисленные лигнины, которые могут быть использованы в качестве компонента для связующих материалов, применяемых в настоящем изобретении, могут быть получены способом, включающим приведение в контакт

- компонента (a), включающего один или более лигнинов,
- компонента (b), включающего аммиак, один или более аминных компонентов, и/или любую их соль,
- компонента (c), включающего один или более окислителей.

#### Компонент (a)

Компонент (a) включает один или более лигнинов.

В одном варианте исполнения компонент (a) включает один или более крафт-лигнинов, один или более натронных лигнинов, один или более лигносульфонатных лигнинов, один или более органосольвентных лигнинов, один или более лигнинов из процессов биорафинирования лигноцеллюлозных сырьевых материалов, или любые смеси их.

В одном варианте исполнения компонент (a) включает один или более крафт-лигнинов.

#### Компонент (b)

В одном варианте исполнения компонент (b) включает аммиак, один или более аминных компонентов, и/или любые их соли. Без намерения вдаваться в любую



конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что замена гидроксидов щелочных металлов, применяемых в ранее известных способах окисления лигнина, аммиаком, одним или более аминными компонентами, и/или любыми их солями, играет важную роль в улучшении свойств окисленных лигнинов, полученных способом согласно настоящему изобретению.

Авторы настоящего изобретения неожиданно нашли, что лигнины, окисленные окислителем в присутствии аммиака или аминов, содержат значительные количества азота как части структуры окисленных лигнинов. Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что улучшенные характеристики устойчивости окисленных лигнинов, когда их используют в продуктах, где они включены в связующую композицию с указанными окисленными лигнинами, полученными описываемым здесь способом, по меньшей мере частично, обусловлены содержанием азота в структуре окисленных лигнинов.

В одном варианте исполнения компонент (b) включает аммиак и/или любую его соль.

Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что улучшенные характеристики стабильности дериватизированных лигнинов, полученных согласно настоящему изобретению, по меньшей мере частично обусловлены тем обстоятельством, что аммиак представляет собой летучее соединение, и поэтому испаряется из конечного продукта, или может быть легко удален и повторно использован. В отличие от этого, оказалось затруднительным удаление остаточных количеств гидроксидов щелочных металлов, использованных в ранее известном способе окисления.

Тем не менее, может быть благоприятным в способе, что компонент (b), кроме аммиака, одного или более аминных компонентов, и/или любых их солей, также включает сравнительно малое количество гидроксида щелочного и/или щелочноземельного металла, такого как гидроксид натрия и/или гидроксид калия.

В вариантах исполнения, в которых компонент (b) включает гидроксиды щелочных и/или щелочноземельных металлов, такие как гидроксид натрия и/или гидроксид калия, в качестве компонента в дополнение к аммиаку, одному или более аминным компонентам, и/или любым их солям, количество гидроксидов щелочных и/или щелочноземельных металлов обычно является малым, таким как от 5 до 70 весовых частей, таким как от 10 до 20 весовых частей гидроксида щелочного и/или щелочноземельного металла, в расчете на аммиак.

#### Компонент (c)

В описываемом здесь способе компонент (c) включает один или более окислителей.

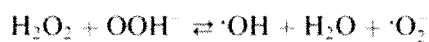
В одном варианте исполнения компонент (c) включает один или более окислителей в форме пероксида водорода, органических или неорганических пероксидов, молекулярного кислорода, озона, воздуха, галогенсодержащих окислителей, или любой

смеси их.

В начальных стадиях окисления активные радикалы из окислителя обычно будут захватывать протон из фенольной группы, так как эта связь имеет самую низкую энергию диссоциации в лигнине. Вследствие способности лигнина стабилизировать радикалы посредством мезомерии, открываются многообразные пути продолжения (но также прекращения) реакции, и образуются различные промежуточные соединения и конечные продукты. Средняя молекулярная масса может как возрастать, так и сокращаться вследствие этой сложности (и выбранных условий), и в своих экспериментах авторы настоящего изобретения обычно видели умеренное повышение средней молекулярной массы примерно на 30%.

В одном варианте исполнения компонент (с) включает пероксид водорода.

Пероксид водорода, может быть, является наиболее широко применяемым окислителем благодаря сочетанию низкой стоимости, хорошей эффективности и относительно низкому влиянию на окружающую среду. Когда пероксид водорода применяют без присутствия катализаторов, важны щелочные условия и температура вследствие следующих реакций, приводящих к образованию радикалов:



Авторы настоящего изобретения нашли, что дериватизированные лигнины, полученные описываемым здесь способом, содержат увеличенные количества карбоксильных кислотных групп в результате процесса окисления. Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что содержание карбоксильных кислотных групп в окисленных лигнинах, полученных в способе, играет важную роль в достижении желательных характеристик реакционной способности дериватизированных лигнинов, полученных описываемым здесь способом.

Еще одно преимущество способа окисления состоит в том, что окисленный лигнин является более гидрофильным. Высокая гидрофильность может повышать растворимость в воде и облегчать адгезию на полярных подложках, таких как минеральные волокна.

#### Дополнительные компоненты

В одном варианте исполнения способ получения окисленных лигнинов предпочтительно включает дополнительные компоненты, в частности, компонент (d) в форме катализатора окисления, такого как катализатор из одного или более переходных металлов, такой как сульфат железа, такого, как катализаторы, содержащие марганец, палладий, селен, вольфрам.

Такие катализаторы окисления могут повышать скорость реакции, тем самым улучшая свойства окисленных лигнинов.

#### Массовые соотношения компонентов

Квалифицированный специалист в этой области технологии будет применять компоненты (a), (b) и (c) в относительных количествах, которые достигают желательной

степени окисления лигнинов.

В одном варианте исполнения,

- компонент (а) включает один или более лигнинов,

- компонент (b) включает аммиак,

- компонент (с) включает один или более окислителей в форме пероксида водорода,

причем массовые соотношения лигнина, аммиака и пероксида водорода являются такими, что количество аммиака составляет от 0,01 до 0,5 весовых частей, такое как от 0,1 до 0,3, такое как от 0,15 до 0,25 весовых частей аммиака, в расчете на сухой вес лигнина, и причем количество пероксида водорода составляет от 0,025 до 1,0 весовой части, такое как от 0,05 до 0,2 весовых частей, такое как от 0,075 до 0,125 весовых частей пероксида водорода, в расчете на сухой вес лигнина.

#### Способ

Существует более, чем одна возможность приведения компонентов (а), (b) и (с) в контакт для достижения желательной реакции окисления.

В одном варианте исполнения способ включает стадии:

- стадию получения компонента (а) в форме водного раствора и/или дисперсии одного или более лигнинов, причем содержание лигнина в водном растворе составляет от 1 до 50 вес.%, такое как от 5 до 25 вес.%, такое как от 15 до 22 вес.%, такое как от 18 до 20 вес.%, в расчете на общий вес водного раствора;

- стадию корректирования величины рН добавлением компонента (b), включающего водный раствор аммиака, одного или более аминных компонентов, и/или любой их соли;

- стадию окисления добавлением компонента (с), включающего окислитель.

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что полученный водный раствор и/или дисперсия имеют значение  $\text{pH} \geq 9$ , такое как  $\geq 10$ , такое как  $\geq 10,5$ .

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что полученный водный раствор и/или дисперсия имеют значение рН в диапазоне от 10,5 до 12.

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что обеспечивают повышение температуры до  $\geq 25^\circ\text{C}$ , и затем регулируют в диапазоне 25-50 $^\circ\text{C}$ , таком как 30-45 $^\circ\text{C}$ , таком как 35-40 $^\circ\text{C}$ .

В одном варианте исполнения, во время стадии окисления, обеспечивают повышение температуры до  $\geq 35^\circ\text{C}$ , и затем регулируют в диапазоне 35-150 $^\circ\text{C}$ , таком как 40-90 $^\circ\text{C}$ , таком как 45-80 $^\circ\text{C}$ .

В одном варианте исполнения стадию окисления проводят в течение времени от 1 секунды до 48 часов, такого как от 10 секунд до 36 часов, такого как от 1 минуты до 24 часов, такого как от 2 до 5 часов.

#### Способ II получения окисленных лигнинов

Окисленные лигнины, которые используют в качестве компонента для связующих материалов, применяемых в настоящем изобретении, могут быть получены способом, включающим приведение в контакт

- компонента (а), включающего один или более лигнинов,
- компонента (b), включающего аммиак и/или один или более аминных компонентов, и/или любую их соль, и/или гидроксид щелочного и/или щелочноземельного металла, такого как гидроксид натрия и/или гидроксид калия,
- компонента (с), включающего один или более окислителей,
- компонента (d) в форме одного или более пластификаторов.

#### Компонент (а)

Компонент (а) включает один или более лигнинов.

В одном варианте исполнения способа получения окисленных лигнинов компонент (а) включает один или более крафт-лигнинов, один или более натронных лигнинов, один или более лигносульфонатных лигнинов, один или более органосольвентных лигнинов, один или более лигнинов из процессов биорафинирования лигноцеллюлозных сырьевых материалов, или любую смесь их.

В одном варианте исполнения компонент (а) включает один или более крафт-лигнины.

#### Компонент (b)

В одном варианте исполнения получения окисленных лигнинов компонент (b) включает аммиак, один или более аминных компонентов, и/или любые их соли, и/или гидроксид щелочного и/или щелочноземельного металла, такой как гидроксид натрия и/или гидроксид калия.

«Аммонийный окисленный лигнин» следует понимать как лигнин, который был окислен окислителем в присутствии аммиака. Термин «аммонийный окисленный лигнин» сокращенно обозначают как AOL.

В одном варианте исполнения компонент (b) включает аммиак и/или любую его соль.

Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что улучшенные характеристики стабильности дериватизированных лигнинов, полученных согласно настоящему изобретению с компонентом (b), который представляет собой аммиак и/или любую его соль, по меньшей мере частично обусловлены тем обстоятельством, что аммиак представляет собой летучее соединение, и поэтому испаряется из конечного продукта, или может быть легко удален и повторно использован.

Тем не менее, в этом варианте исполнения способа получения окисленных лигнинов может быть благоприятным, что компонент (b), кроме аммиака, одного или более аминных компонентов, и/или любых их солей, также включает сравнительно малое количество гидроксида щелочного и/или щелочноземельного металла, такого как гидроксид натрия и/или гидроксид калия.

В вариантах исполнения, в которых компонент (b) включает гидроксиды щелочных и/или щелочноземельных металлов, такие как гидроксид натрия и/или гидроксид калия, в качестве компонента в дополнение к аммиаку, одному или более аминным компонентам, и/или любым их солям, количество гидроксидов щелочных и/или щелочноземельных металлов обычно является малым, таким как от 5 до 70 весовых частей, таким как от 10 до 20 весовых частей гидроксида щелочного и/или щелочноземельного металла, в расчете на аммиак.

#### Компонент (с)

В способе получения окисленных лигнинов компонент (с) включает один или более окислителей.

В одном варианте исполнения компонент (с) включает один или более окислителей в форме пероксида водорода, органических или неорганических пероксидов, молекулярного кислорода, озона, воздуха, галогенсодержащих окислителей, или любой смеси их.

В начальных стадиях окисления активные радикалы из окислителя обычно будут захватывать протон из фенольной группы, так как эта связь имеет самую низкую энергию диссоциации в лигнине. Вследствие способности лигнина стабилизировать радикалы посредством мезомерии открываются многообразные пути продолжения (но также прекращения) реакции, и образуются различные промежуточные соединения и конечные продукты. Средняя молекулярная масса может как возрасти, так и сократиться вследствие этой сложности (и выбранных условий), и в своих экспериментах авторы настоящего изобретения обычно видели умеренное повышение средней молекулярной массы примерно на 30%.

В одном варианте исполнения компонент (с) включает пероксид водорода.

Пероксид водорода, может быть, является наиболее широко применяемым окислителем благодаря сочетанию низкой стоимости, хорошей эффективности и относительно низкому влиянию на окружающую среду. Когда пероксид водорода применяют без присутствия катализаторов, важны щелочные условия и температура вследствие следующих реакций, приводящих к образованию радикалов:



Авторы настоящего изобретения нашли, что дериватизированные лигнины, полученные описываемым здесь способом, содержат увеличенные количества карбоксильных кислотных групп в результате процесса окисления. Без намерения вдаваться в любую конкретную теорию, авторам настоящего изобретения представляется, что содержание карбоксильных кислотных групп в окисленных лигнинах, полученных в способе согласно настоящему изобретению, играет важную роль в достижении желательных характеристик реакционной способности дериватизированных лигнинов, полученных описываемым здесь способом.

Еще одно преимущество способа окисления состоит в том, что окисленный лигнин является более гидрофильным. Высокая гидрофильность может повышать растворимость в воде и облегчать адгезию на полярных подложках, таких как минеральные волокна.

#### Компонент (d)

Компонент (d) включает один или более пластификаторов.

В одном варианте исполнения компонент (d) включает один или более пластификаторов в форме полиолов, таких как углеводы, гидрированные сахара, такие как сорбит, эритрит, глицерин, моноэтиленгликоль, полиэтиленгликоли, простые эфиры полиэтиленгликоля, простые полиэфиры, фталаты и/или кислоты, такие как адипиновая кислота, ванилиновая кислота, молочная кислота и/или феруловая кислота, акриловые полимеры, поливиниловый спирт, полиуретановые дисперсии, этиленкарбонат, пропиленкарбонат, лактоны, лактамы, лактиды, полимеры на акриловой основе со свободными карбоксильными группами, и/или полиуретановые дисперсии со свободными карбоксильными группами, полиамиды, амиды, такие как карбамид/мочевина, или любые смеси их.

Авторы настоящего изобретения нашли, что введение компонента (d) в форме одного или более пластификаторов обеспечивает снижение вязкости реакционной смеси, что позволяет создать очень эффективный способ получения окисленных лигнинов.

В одном варианте осуществления согласно настоящему изобретению компонент (d) включает один или более пластификаторов в форме полиолов, таких как углеводы, гидрированные сахара, такие как сорбит, эритрит, глицерин, моноэтиленгликоль, полиэтиленгликоли, поливиниловый спирт, полимеры на акриловой основе со свободными карбоксильными группами, и/или полиуретановые дисперсии со свободными карбоксильными группами, полиамиды, амиды, такие как карбамид/мочевина, или любые смеси их.

В одном варианте осуществления согласно настоящему изобретению компонент (d) включает один или более пластификаторов, выбранных из группы полиэтиленгликолей, поливинилового спирта, мочевины, или любых смесей их.

#### Дополнительные компоненты

В одном варианте исполнения способ получения окисленных лигнинов предпочтительно включает дополнительные компоненты, в частности, компонент (v) в форме катализатора окисления, такого как катализатор из одного или более переходных металлов, такой как сульфат железа, такого, как катализаторы, содержащие марганец, палладий, селен, вольфрам.

Такие катализаторы окисления могут повышать скорость реакции, тем самым улучшая свойства окисленных лигнинов, полученным этим способом.

#### Массовые соотношения компонентов

Квалифицированный специалист в этой области технологии будет применять компоненты (a), (b), (c) и (d) в таких относительных количествах, что достигается желательная степень окисления лигнинов.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что способ включает

- компонент (а) включает один или более лигнинов,
- компонент (b) включает аммиак,
- компонент (с) включает один или более окислителей в форме пероксида водорода,
- компонент (d) включает один или более пластификаторов, выбранных из группы полиэтиленгликоля,

причем массовые соотношения лигнина, аммиака, пероксида водорода и полиэтиленгликоля являются такими, что количество аммиака составляет от 0,01 до 0,5 весовых частей, такое как от 0,1 до 0,3, такое как от 0,15 до 0,25 весовых частей аммиака (25%-ный по весу раствор в воде), в расчете на сухой вес лигнина, и причем количество пероксида водорода (30%-ный по весу раствор в воде) составляет от 0,025 до 1,0 весовой части, такое как от 0,07 до 0,50 весовых частей, такое как от 0,15 до 0,30 весовых частей, в расчете на сухой вес лигнина, и причем количество полиэтиленгликоля составляет от 0,03 до 0,60 весовых частей, такое как от 0,07 до 0,50 весовых частей, такое как от 0,10 до 0,40 весовых частей полиэтиленгликоля, в расчете на сухой вес лигнина.

Для цели настоящего изобретения, термин «сухой вес лигнина» предпочтительно подразумевает вес лигнина в форме поставки.

#### Способ

Существует более, чем одна возможность приведения компонентов (а), (b), (с) и (d) в контакт для достижения желательной реакции окисления.

В одном варианте исполнения способ включает стадии:

- стадию получения компонента (а) в форме водного раствора и/или дисперсии одного или более лигнинов, причем содержание лигнина в водном растворе составляет от 5 до 90 вес.%, такое как от 10 до 85 вес.%, такое как от 15 до 70 вес.%, в расчете на общий вес водного раствора;
- стадию корректирования величины рН добавлением компонента (b);
- стадию добавления компонента (d);
- стадию окисления добавлением компонента (с), включающего окислитель.

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что полученный водный раствор и/или дисперсия имеют значение  $\text{pH} \geq 9$ , такое как  $\geq 10$ , такое как  $\geq 10,5$ .

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что полученный водный раствор и/или дисперсия имеют значение рН в диапазоне от 9,5 до 12.

В одном варианте исполнения стадию корректирования величины рН проводят так, что обеспечивают повышение температуры до  $\geq 25^\circ\text{C}$ , и затем регулируют в диапазоне 25- $50^\circ\text{C}$ , таком как 30- $45^\circ\text{C}$ , таком как 35- $40^\circ\text{C}$ .

В одном варианте исполнения, во время стадии окисления, обеспечивают повышение температуры до  $\geq 35^\circ\text{C}$ , и затем регулируют в диапазоне 35- $150^\circ\text{C}$ , таком как

40-90°C, таком как 45-80°C.

В одном варианте исполнения стадию окисления проводят в течение времени от 1 секунды до 24 часов, такого как от 1 минуты до 12 часов, такого как от 10 минут до 8 часов, такого от 5 минут до 1 часа.

Авторы настоящего изобретения нашли, что способ, как здесь описываемый, позволяет получить высокое содержание сухого материала в реакционной смеси, и поэтому возможен высокий выход в способе согласно настоящему изобретению, чем обеспечивают получение продукта реакции в форме окисленных лигнинов, используемых в качестве компонента в продуктах промышленного массового производства, таких как продукты на основе минеральных волокон.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что содержание сухого материала в реакционной смеси составляет от 20 до 80 вес.%, такое как от 40 до 70 вес.%.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что вязкость окисленного лигнина имеет значение от 100 сП до 100000 сП, такое как значение от 500 сП до 50000 сП, такое как значение от 1000 сП до 25000 сП.

Для цели настоящего изобретения, вязкость представляет собой динамическую вязкость, и определяется как сопротивление жидкости/пасты изменению формы, или движению соседних частей относительно друг друга. Вязкость измеряют в сантипуазах (сП), которые эквивалентны 1 мПа·сек (миллипаскаль в секунду). Вязкость измеряют при 20°C с использованием вискозиметра. Для цели настоящего изобретения, динамическая вязкость может быть измерена при 20°C с помощью вискозиметра Брукфильда с геометрией «конус-плита».

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что способ включает роторно-статорное устройство.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что способ исполняют как непрерывный или полунепрерывный процесс.

#### Устройство для исполнения способа

Настоящее изобретение также направлено на устройство для исполнения описываемого здесь способа.

В одном варианте исполнения устройство для исполнения способа включает:

- роторно-статорное устройство,
- устройство для предварительного смешивания компонентов (a), (b), (d),
- один или более впускных каналов для воды, компонентов (a), (b), (c) и (d),
- один или более выпускных каналов для окисленного лигнина.

В одном варианте исполнения устройство сконструировано таким образом, что впускные каналы для предварительного смешения компонентов (a), (b) и (d) находятся на роторно-статорном устройстве, и устройство, кроме того, включает камеру,

причем указанная камера имеет впускной канал для компонента (c), и

причем указанная камера имеет выпускной канал для окисленного лигнина.

Роторно-статорное устройство представляет собой устройство для обработки



материалов, включающее статор, конфигурированный как внутренний конус, снабженный зубчатыми венцами. Статор взаимодействует с ротором, имеющим выступающие из ступицы спицы. Каждая из этих спиц содержит зуб в зацеплении с зубом зубчатых венцов статора. При каждом обороте ротора обрабатываемый материал переносится дальше наружу в одну стадию, будучи при этом подвергнутым интенсивному сдвиговому воздействию, перемешиваемым и перераспределяемым. Спица ротора и находящаяся ниже контейнерная камера вертикального устройства обеспечивает возможность постоянной перегруппировки материала изнутри наружу, и создает многостороннюю обработку сухого и/или высоковязкого материала так, что устройство оказывается в высшей степени эффективным для интенсивного перемешивания, пластикация, фибриллирования, раздробления, и подобных процессов, важных в промышленном производстве. Вертикальное размещение корпуса облегчает перемещение материала от периферии в сторону центра устройства.

В одном варианте исполнения роторно-статорное устройство, используемое в способе согласно настоящему изобретению, включает статор с зубчатыми венцами, и ротор с зубом в зацеплении с зубом статора. В этом варианте исполнения роторно-статорное устройство имеет следующие признаки: между спицами ротора выступает направляющая воронка, которая концентрирует поток материала, поступающего сверху в центральную часть контейнера. Наружная поверхность направляющей воронки определяет кольцевой зазор, дросселирующий течение материала. На роторе предусмотрен подающий шнек, который подает материал в сторону рабочей части устройства. Направляющая воронка удерживает продукт в активной зоне устройства, и подающий шнек создает повышенное давление материала в центре.

Для более подробного описания роторно-статорного устройства, применяемого в одном варианте исполнения способа, приведена ссылка на патентный документ US 2003/0042344 A1, который включен ссылкой.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что в способе используют одно роторно-статорное устройство. В этом варианте исполнения смешение компонентов и реакцию компонентов проводят в одном и том же роторно-статорном устройстве.

В одном варианте исполнения способ исполняют так, что в способе применяют два или более роторно-статорных устройств, причем по меньшей мере одно роторно-статорное устройство используют для смешения компонентов, и по меньшей мере одно роторно-статорное устройство используют для проведения реакции компонентов.

Этот способ может быть подразделен на две стадии:

1. получения лигниновой массы (a)+(b)+(d),
2. окисления лигниновой массы.

Как правило, применяют роторно/статорные машины двух различных типов:

1. Открытую роторно/статорную машину, пригодную для смешивания лигнинового порошка с водой до очень высокой концентрации (от 30 до 50 вес.%). Менее интенсивное перемешивание, но специальные вспомогательные элементы (впускная воронка, шнек, и

т.д.) применяют для обработки высоковязких материалов. Более низкая окружная скорость (до 15 м/сек). Машина может быть использована как система периодического или непрерывного действия.

2. Роторно/статорную машину в технологической линии, которая создает гораздо более высокие сдвиговые нагрузки - окружные скорости до 55 м/сек - и обеспечивает благоприятные условия для очень быстрой химической реакции. Машина должна использоваться непрерывно.

В открытой роторно/статорной системе получают массу «лигнин/вода» с высокой концентрацией (от 45 до 50 вес.%). Порошкообразный лигнин медленно подают в теплую воду (от 30 до 60°C), в которую были добавлены надлежащие количества водного раствора аммиака и/или щелочного основания. Это может быть сделано в периодическом режиме, или материалы подводят попеременно/непрерывно, создавая непрерывный поток массы в следующую стадию.

Созданная масса должна поддерживаться при температуре около 60 градусов для сохранения настолько низкой вязкости, насколько возможно, и тем самым возможности перекачивания материала. Затем горячую массу «лигнин/вода» с рН от 9 до 12 переносят с использованием подходящего насоса, например, винтового насоса кавитационного типа или иного объемного насоса, в стадию окисления.

В одном варианте исполнения окисление проводят в закрытой роторно/статорной системе в условиях непрерывной реакции в технологической линии. Водный раствор аммиака и/или щелочного основания дозируют посредством дозирующего насоса в роторно/статорную камеру в место наибольших турбулентности/сдвига. Это обеспечивает быструю реакцию окисления. Окисленный материал (AOL) выводят из реактора технологической линии и собирают в надлежащих резервуарах.

#### Реакционный продукт

Авторы настоящего изобретения неожиданно нашли, что полученные окисленные лигнины имеют весьма желательные характеристики реакционной способности, и в то же время проявляют улучшенные свойства огнестойкости, когда их используют в продуктах, где они включены в связующую композицию, и улучшенную долговременную стабильность, превышающую характеристики известных окисленных лигнинов.

Кроме того, окисленный лигнин проявляет улучшенную гидрофильность.

Важным параметром реакционной способности полученных окисленных лигнинов является содержание карбоксильных кислотных групп в окисленных лигнинах.

В одном варианте исполнения полученный окисленный лигнин имеет содержание карбоксильных кислотных групп от 0,05 до 10 ммол/г, такое как от 0,1 до 5 ммол/г, такое как от 0,20 до 2,0 ммол/г, такое как от 0,40 до 1,5 ммол/г, такое как от 0,45 до 1,0 ммол/г, в расчете на сухой вес компонента (а).

Еще один вариант описания содержания карбоксильных кислотных групп состоит в применении среднего содержания карбоксильных кислотных групп на макромолекулу лигнина согласно следующей формуле:

*Средняя СООН-функциональность*=(молей СООН в целом)/(молей лигнина в целом)

В одном варианте исполнения полученный окисленный лигнин имеет среднее содержание карбоксильных кислотных групп более 1,5 групп на макромолекулу компонента (а), такое как более 2 групп, такое как более 2,5 групп.

Способ III получения окисленных лигнинов

Окисленные лигнины, которые используют в качестве компонента для связующего материала, применяемого в настоящем изобретении, могут быть получены способом, включающим приведение в контакт

- компонента (а), включающего один или более лигнинов,
  - компонента (b), включающего аммиак и/или один или более аминных компонентов, и/или любую их соль, и/или гидроксид щелочного и/или щелочноземельного металла, такого как гидроксид натрия и/или гидроксид калия,
  - компонента (с), включающего один или более окислителей,
  - необязательно, компонента (d) в форме одного или более пластификаторов,
- и исполнение стадии смешения/окисления, причем получают окисленную смесь, с последующей стадией окисления, причем окисленную смесь оставляют для продолжения реагирования в течение времени выдерживания от 1 секунды до 10 часов, такого как от 10 секунд до 6 часов, такого как от 30 секунд до 2 часов.

Компоненты (а), (b), (с) и (d) являются такими, как определено выше в разделе «Способ II получения окисленных лигнинов».

В одном варианте исполнения способ включает стадию предварительного смешения, в которой компоненты приводят в контакт друг с другом.

В стадии предварительного смешения могут быть приведены в контакт между собой следующие компоненты:

- компонент (а) и компонент (b), или
- компонент (а) и компонент (b) и компонент (с), или
- компонент (а) и компонент (b) и компонент (d), или
- компонент (а) и компонент (b) и компонент (с) и компонент (d).

В одном варианте исполнения возможно, что стадию предварительного смешения проводят как отдельную стадию, и после стадии предварительного смешения проводят стадию смешения/окисления. В таком варианте осуществления изобретения особенно предпочтительно приводить в контакт друг с другом компонент (а) и компонент (b), и необязательно компонент (d) в стадии предварительного смешения. Затем в последующей стадии смешения/окисления к предварительной смеси, образованной в стадии предварительного смешения, добавляют компонент (с).

В одном варианте исполнения возможно, что стадия предварительного смешения соответствует стадии смешения/окисления. В этом варианте осуществления изобретения смешивают компоненты, например, компонент (а), компонент (b) и компонент (с), и процесс окисления начинают в то же время. Возможно, что последующее время выдерживания проводят в том же устройстве, какое было использовано для выполнения

стадии смешения/окисления. Такой вариант осуществления изобретения является особенно благоприятным, если компонент (с) представляет собой воздух.

Авторы настоящего изобретения нашли, что проведение стадии смешения/окисления с последующей стадией окисления, в которой предпочтительно не продолжают перемешивание реакционной смеси, скорость окисления можно регулировать очень эффективным путем. В то же время сокращаются расходы на исполнение способа, поскольку для стадии окисления, выполняемой после стадии смешения/окисления, требуется менее сложное оборудование.

Еще одно преимущество состоит в том, что окисленный лигнин, который получен, является особенно стабильным. Еще одно неожиданное преимущество заключается в том, что полученный лигнин является очень хорошо регулируемым в плане вязкости. Еще одно неожиданное преимущество состоит в том, что концентрация окисленного лигнина может быть очень высокой.

В одном варианте исполнения длительность выдерживания выбирают так, что реакцию окисления доводят до желательной степени завершения, предпочтительно до полной завершенности.

#### Система I для исполнения способа III

В одном варианте исполнения система для исполнения способа включает:

- по меньшей мере одно роторно-статорное устройство,
- один или более впускных каналов для воды и компонентов (а) и (b),
- один или более выпускных каналов в роторно-статорном устройстве,
- по меньшей мере одно реакционное устройство, в частности, по меньшей мере одну реакционную трубу, которая размещена ниже по потоку в направлении технологического потока к одному или более выпускным каналам.

В одном варианте исполнения система включает один или более впускных каналов для компонента (с) и/или компонента (d).

В одном варианте исполнения система включает устройство для предварительного смешения.

Устройство для предварительного смешения может включать один или более впускных каналов для воды, и/или компонента (а), и/или компонента (b), и/или компонента (с), и/или компонента (d).

В одном варианте осуществления изобретения устройство для предварительного смешения включает впускные каналы для воды и компонента (а) и компонента (b).

Возможно, что в стадии предварительного смешения компонент (с) также смешивают с тремя упомянутыми ингредиентами (водой, компонентом (а) и компонентом (b)). Тогда возможно, что устройство для предварительного смешения имеет дополнительный впускной канал для компонента (с). Если компонент (с) представляет собой воздух, возможно, что устройство для предварительного смешения сформировано открытым смесительным резервуаром так, что в этом случае компонент (с) уже приведен в контакт с другими компонентами (водой, компонентом (а) и компонентом (b)) через

отверстие в резервуаре. Кроме того, в этом варианте осуществления изобретения возможно, что устройство для предварительного смешения необязательно включает впускной канал для компонента (d).

В одном варианте исполнения система сформирована таким образом, что впускные каналы для компонентов (a), (b) и (d) представляют собой впускные каналы устройства для предварительного смешения, в частности, открытого роторно-статорного устройства,

тем самым система, кроме того, включает дополнительное роторно-статорное устройство,

причем указанное дополнительное роторно-статорное устройство имеет впускной канал для компонента (c), и указанное дополнительное роторно-статорное устройство имеет выпускной канал для окисленного лигнина.

Возможно, что стадию предварительного смешения и стадию смешения/окисления проводят одновременно. В этом случае устройство для предварительного смешения и устройство для смешения/окисления представляют собой единое устройство, то есть, роторно-статорное устройство.

В одном варианте исполнения одно роторно-статорное устройство, используемое в способе согласно настоящему изобретению, включает статор с зубчатыми венцами, и ротор с зубом в зацеплении с зубом статора. В этом варианте исполнения роторно-статорное устройство имеет следующие признаки: между спицами ротора выступает направляющая воронка, которая концентрирует поток материала, поступающего сверху в центральную часть контейнера. Наружная поверхность направляющей воронки определяет кольцевой зазор, дросселирующий течение материала. На роторе предусмотрен подающий шнек, который подает материал в сторону рабочей части устройства. Направляющая воронка удерживает продукт в активной зоне устройства, и подающий шнек создает повышенное давление материала в центре.

#### Система II для исполнения способа III

В одном варианте исполнения система для исполнения способа включает:

- один или более впускных каналов для воды и компонентов (a) и (b),
- по меньшей мере одно устройство для смешения и окисления с одним или более выпускными каналами, и
- по меньшей мере один смеситель/теплообменник, который размещен ниже по потоку в направлении технологического потока по меньшей мере к одному или более выпускным каналам, в каковом случае смеситель/теплообменник включает устройство для регулирования температуры.

В одном варианте исполнения система включает дополнительные один или более впускных каналов для компонента (c) и/или компонента (d).

В одном варианте исполнения система включает устройство для предварительного смешения.

Устройство для предварительного смешения может включать один или более

впускных каналов для воды, и/или компонента (а), и/или компонента (b), и/или компонента (с), и/или компонента (d).

В одном варианте осуществления изобретения устройство для предварительного смешения включает впускные каналы для воды и компонента (а) и компонента (b).

Возможно, что в стадии предварительного смешения компонент (с) также смешивают с тремя упомянутыми ингредиентами (водой, компонентом (а) и компонентом (b)). Тогда возможно, что устройство для предварительного смешения имеет дополнительный впускной канал для компонента (с). Если компонент (с) представляет собой воздух, возможно, что устройство для предварительного смешения сформировано открытым смесительным резервуаром так, что в этом случае компонент (с) уже приведен в контакт с другими компонентами (водой, компонентом (а) и компонентом (b)) через отверстие в резервуаре. Кроме того, в этом варианте осуществления изобретения возможно, что устройство для предварительного смешения необязательно включает впускной канал для компонента (d).

В одном варианте исполнения система сформирована таким образом, что впускные каналы для компонентов (а), (b) и (d) представляют собой впускные каналы открытого роторно-статорного устройства,

тем самым система, кроме того, включает смеситель/теплообменник, имеющий впускной канал для компонента (с), и выпускной канал для окисленного лигнина.

Возможно, что стадию предварительного смешения и стадию смешения/окисления проводят одновременно. В этом случае устройство для предварительного смешения и устройство для смешения/окисления представляют собой единое устройство.

В одном варианте исполнения одно роторно-статорное устройство, используемое в способе согласно настоящему изобретению, включает статор с зубчатыми венцами, и ротор с зубом в зацеплении с зубом статора. В этом варианте исполнения роторно-статорное устройство имеет следующие признаки: между спицами ротора выступает направляющая воронка, которая концентрирует поток материала, поступающего сверху в центральную часть контейнера. Наружная поверхность направляющей воронки определяет кольцевой зазор, дросселирующий течение материала. На роторе предусмотрен подающий шнек, который подает материал в сторону рабочей части устройства. Направляющая воронка удерживает продукт в активной зоне устройства, и подающий шнек создает повышенное давление материала в центре.

Конечно, в качестве устройства для предварительного смешения могут быть также применены другие устройства. Кроме того, возможно, что стадию предварительного смешения проводят в устройстве для смешения и окисления.

В одном варианте исполнения устройство для смешения и окисления представляет собой статический смеситель. Статический смеситель представляет собой устройство для непрерывного перемешивания материалов текучих сред без движущихся деталей. Одна конструкция статического смесителя представляет собой смеситель пластинчатого типа, и еще одно устройство общеизвестного типа состоит из смесительных элементов,

содержащихся в цилиндрическом (трубчатом) или квадратном корпусе.

В одном варианте исполнения смеситель/теплообменник сформирован как многотрубный теплообменник со смесительными элементами. Смесительные элементы предпочтительно представляют собой фиксированные конструкции, через которые должна протекать смесь, тем самым происходит перемешивание в результате протекания через них. Смеситель/теплообменник может быть сформирован как реактор в режиме пробкового потока.

В способе согласно изобретению вододренажное устройство размещают в контакте с грунтом, и, по меньшей мере частично, заглубленным внутри грунта. Вододренажное устройство предпочтительно полностью размещают заглубленным в грунте, например, полностью покрытым землей. Земля включает осадочную породу, песок, глину, почву, гравий, и тому подобные. Например, вододренажное устройство может быть зарыто на глубину по меньшей мере 20 см земли, предпочтительно по меньшей мере на 40 см земли, наиболее предпочтительно по меньшей мере на 50 см земли.

В способе согласно изобретению вододренажное устройство поглощает воду и высвобождает воду в приемник. Устройство может поглощать воду непосредственно из окружающего грунта, или она может передаваться в устройство некоторыми путями, например, по трубе. Устройство может удерживать воду, и затем высвободить ее в приемник. Приемник может быть окружающим грунтом, то есть, вода из устройства рассеивается обратно в грунт, как только грунт становится сухим. Приемник также может быть местом сбора воды, резервуаром, баком, сточной канавой, дренажной трубой или канализационным коллектором.

Вододренажное устройство предпочтительно включает первый трубопровод. Первый трубопровод предпочтительно пропускает воду в вододренажное устройство. Этим обеспечивают то, что вода может протекать вдоль первого трубопровода, и непосредственно в вододренажное устройство. Первый трубопровод предпочтительно имеет первый открытый конец и второй открытый конец, причем первый открытый конец находится в сообщении по текучей среде с MMVF вододренажного устройства. Конечно, предусматривается, что вододренажное устройство может примыкать к первому трубопроводу, предпочтительно к трубе, через которую будет протекать дождевая вода, чтобы достигать этого сообщения по текучей среде. Однако для эффективности первого трубопровода предпочтительно, чтобы он, по меньшей мере частично, был встроен в вододренажное устройство. Встроенная часть первого трубопровода может иметь отверстие в его наружной стенке, предпочтительно более, чем одно отверстие. Наличие отверстия обеспечивает преимущество наличия большей площади, через которую вода может протекать в вододренажное устройство.

Первый трубопровод может представлять собой открытый канал, и вода может протекать вдоль этого канала в вододренажное устройство, например, из основной дренажной системы или с кровельных желобов. Трубопровод предпочтительно представляет собой трубу. Преимущество трубы состоит в том, что она является полой, и

поэтому может свободно передавать воду под землю в вододренажное устройство. Кроме того, стенка трубы предотвращает попадание обломков породы в трубу.

Первый трубопровод, предпочтительно трубу, предпочтительно размещают в сообщении по текучей среде с нижней секцией вододренажного устройства. Это значит, что при монтаже первый трубопровод позиционируют в сообщении по текучей среде с нижней половиной вододренажного устройства по объему. Это делается для того, чтобы заполнять все устройство достаточно быстро, так, что должен быть вытеснен воздух, который присутствует в устройстве до начала дождя. Это происходит быстрее всего в вышеописанной конфигурации.

Трубопровод, предпочтительно труба, находится в сообщении по текучей среде с вододренажным устройством, и может быть в сообщении по текучей среде с системой трубопроводов, предпочтительно труб, и одной или более водосточными трубами так, что вода, которая стекает с крыши в желоб и далее в водосточную трубу, могла удерживаться внутри вододренажного устройства во время сырой погоды. Это в дополнение к воде, которую устройство может поглощать из окружающего грунта (то есть, сокращая поверхностную воду). Когда окружающий грунт высыхает, вода постепенно рассеивается из вододренажного устройства в грунт. Тем самым вододренажное устройство создает эффективный путь устранения дождевой воды, который не предусматривает никакого нагнетания под давлением из существующих основных дренажных систем. Нет необходимости в отведении воды куда-нибудь, хотя это возможно; вода может быть удержана внутри грунта. Например, строение может иметь одно или несколько вододренажных устройств, соединенных с его кровельными желобами, и тем самым способным удалять эту поверхностную воду внутри собственного земельного участка.

Вододренажное устройство может иметь канал, который является протяженным от первого конца вододренажного устройства в сторону второго конца вододренажного устройства, причем первый и второй концы размещены противоположно, и причем первый конец канала предпочтительно находится в сообщении по текучей среде с водой из трубопровода, предпочтительно трубы.

Канал может быть протяженным на расстояние от 10% до 100% пути через вододренажное устройство, предпочтительно от 20% до 99% пути через вододренажное устройство, предпочтительно от 50% до 99% пути через вододренажное устройство, более предпочтительно от 80% до 95% пути через подложку. Преимущество канала состоит в том, что имеется увеличенная площадь, через которую вода может протекать в вододренажное устройство. Канал может иметь любое поперечное сечение, предпочтительно круглое, треугольное или квадратное.

Канал может быть сформирован встраиванием трубопровода, предпочтительно трубы, в вододренажное устройство, как описано выше. Трубопровод предпочтительно имеет отверстие в его наружной стенке, предпочтительно более, чем одно отверстие. Наличие отверстия обеспечивает преимущество большей площади, через которую вода может протекать в вододренажное устройство.



Канал может быть сформирован в виде отдельной трубы, которая имеет по меньшей мере одно отверстие. Труба предпочтительно представляет собой перфорированную пластиковую трубу, такую как труба из поливинилхлорида (PVC). Труба придает прочность дренажному устройству и предотвращает возможность того, что канал становится перекрытым. Труба перфорирована для обеспечения течения воды в канал. Встроенная труба создает опору каналу, делая его более упругим или устойчивым к давлению. При отсутствии трубы канал мог бы становиться перекрытым под давлением на вододренажное устройство, таким, как от транспортного средства, проходящего над вододренажным устройством.

Канал может быть сформирован удалением секции вододренажного устройства, таким как высверливание. Полученный канал будет пористым, и тем самым обеспечивающим возможность поглощения воды вододренажным устройством из канала.

Вододренажное устройство может включать первую часть в контакте со второй частью, причем канал размещен между первой частью и второй частью. Это значит, что первая часть может быть предварительно сформирована с канавкой вдоль по меньшей мере части длины вододренажного устройства, и когда соединяют друг с другом первую часть и вторую часть, канал становится образованным канавкой и второй частью. В альтернативном варианте, как первая, так и вторая части могут иметь канавку, и канавки могут быть совмещены с образованием канала, когда первую часть и вторую часть соединяют между собой. Канавка или канавки могут иметь любую форму, которая требуется для образования канала. Поэтому канавка или канавки могут иметь поперечное сечение, которое является полукруглым, треугольным, прямоугольным, или тому подобным.

Первая и вторая части вододренажного устройства могут быть соединены совместным размещением двух частей, или с использованием адгезива.

Канал может быть сформирован комбинацией описанных выше подходов.

Площади поперечного сечения первого и второго концов канала предпочтительно составляют величину в диапазоне от 2 до 200 см<sup>2</sup>, предпочтительно от 5 до 100 см<sup>2</sup>.

Площадь поперечного сечения первого конца канала составляет от 0,5% до 15% площади поперечного сечения первого конца вододренажного устройства, предпочтительно от 1% до 10%.

Площадь поперечного сечения второго конца канала составляет от 0,5% до 15% площади поперечного сечения второго конца вододренажного устройства, предпочтительно от 1% до 10%.

Отверстия занимают столь малую долю площади поперечного сечения концов вододренажного устройства, поскольку преобладающую часть вододренажного устройства используют для накопления количества воды, которая попадает в вододренажное устройство. Чем больше доля вододренажного устройства, тем больший объем воды может быть накоплен вододренажным устройством при данной площади поперечного сечения.

Площадь поперечного сечения канала предпочтительно является по существу постоянной вдоль его длины. Под по существу постоянной подразумевают, что площадь поперечного сечения составляет величину в пределах 10% средней площади поперечного сечения, предпочтительно в пределах 5%, наиболее предпочтительно в пределах 1%. Однако, если необходимо, площадь поперечного сечения может варьировать согласно требованиям к каналу быть уменьшенным или увеличенным.

Канал может быть прямолинейным сквозь вододренажное устройство, то есть, канал создает самый прямой путь в сторону второго конца вододренажного устройства, чтобы вода могла иметь самый прямой путь вдоль канала.

Канал может следовать непрямому пути через вододренажное устройство для увеличения площади поверхности канала так, что вода может поступать в вододренажное устройство с более высокой скоростью.

Может присутствовать более чем один канал через вододренажное устройство для увеличения площади поверхности канала так, что вода может поступать в вододренажное устройство с более высокой скоростью. Где имеется более чем один канал, каналы предпочтительно соединены с образованием сетчатой структуры каналов так, что вода может протекать через сетчатую структуру каналов. Каждый канал может быть в сообщении по текучей среде с другим каналом, тем самым создавая возможность поступления воды из различных источников для поглощения вододренажным устройством.

Каналы могут быть в нижней части, а также в верхней части вододренажного устройства. Преимущество наличия каналов в верхней части и в нижней части состоит в том, что, когда вода поступает через нижний канал, весь воздух, который присутствует в устройстве до начала заполнения водой, может быть вытеснен через верхний канал в устройстве.

Канал может иметь треугольное поперечное сечение. При монтаже основание треугольника предпочтительно является параллельным основанию вододренажного устройства. В альтернативном варианте, канал может иметь полукруглое поперечное сечение. Опять же, основание вододренажного устройства предпочтительно является параллельным основанию полукруга. В альтернативном варианте, канал может иметь круглое или прямоугольное поперечное сечение. Преимущество этих поперечных сечений состоит в том, что наибольшая площадь поверхности канала находится в самой нижней точке, что создает наибольшую площадь поверхности для протекающей через него воды.

Канал предпочтительно размещают по центру ширины поперечного сечения вододренажного устройства. Обоснование такого по существу центрального размещения состоит в том, что течение воды, которая должна быть поглощена, будет под центром вододренажного устройства. Это имеет то преимущество, что прочность вододренажного устройства сохраняется по сторонам вододренажного устройства. Однако, если канал размещен ближе к одной стороне вододренажного устройства, это может вызывать ослабление конструкции.

При применении, когда канал является протяженным от первого конца до второго конца вододренажного устройства, второй конец канала предпочтительно закрыт для предотвращения попадания земли в канал и сокращения размера канала. Вторым концом канала может быть закрыт размещением пластины над отверстием, такой, как пластина из MMVF, металлическая пластина, пластиковая пластина, или тому подобная. В альтернативном варианте, вторым концом канала может быть закупорен пробкой, такой как пробка, выполненная из MMVF, металла, пластика, или тому подобного. Вторым концом канала может быть завернут в геотекстильный материал для закупоривания второго конца канала.

Преимущество применения вододренажного устройства согласно изобретению состоит в том, что оно может поглощать воду из грунта, и удерживать ее внутри своей открытопористой структуры. Вододренажное устройство также может пропускать воду вдоль необязательного канала в сторону второго отверстия. Это значит, что вододренажное устройство может удерживать воду, когда это требуется, и также проводить воду к приемнику, например, к устройству для утилизации, когда потребуется.

В этом варианте применения вододренажное устройство будет размещено для дренажа насыщенного водой грунта, в частности, когда такие осадки, как дождь, снег, мокрый снег, град, и тому подобные, приводят к накоплению поверхностной воды, которая вызывает насыщение грунта водой. Это обычно может происходить вблизи зданий, в частности, где часть окружающего грунта покрыта зданиями, тротуаром, бетонированной площадкой, или тому подобным, без надлежащего дренажа. Если нет должного дренажа, это создает давление на грунт, окружающий эту область, с распределением поверхностной воды, которая накопилась. Это приводит к тому, что окружающая область становится заболоченной и нуждается в дренировании.

Дополнительное преимущество применения устройства согласно настоящему изобретению состоит в том, что оно задерживает воду, поступающую в место сбора воды, такое как бак или резервуар. Когда происходит мощный ливень, резервуар или бак могут становиться переполненными внезапным наплывом воды. Применением устройства согласно настоящему изобретению задерживают поступление обильной воды к резервуару или баку, и тем самым помогают предотвратить затопление.

Как обсуждалось выше, вододренажное устройство не требует применения любых трубопроводов, и может действовать как дренажное устройство поглощением избыточной воды из окружающего грунта в периоды высоких уровней поступления воды, и высвобождением воды обратно в грунт в периоды низких уровней поступления воды. Тем самым вододренажное устройство согласно настоящему изобретению может быть использовано для дренирования насыщенного водой грунта. Это может быть достигнуто поглощением избыточной воды открытопористой структурой вододренажного устройства и удерживанием воды, пока грунт не высохнет, и затем постепенным рассеиванием воды в грунт.

Вододренажное устройство необязательно может иметь первый трубопровод и второй трубопровод. Первый трубопровод передает воду в вододренажное устройство, и

предпочтительно размещен в нижней половине устройства. Второй трубопровод предпочтительно размещен в верхней половине устройства. Главным назначением второго трубопровода является вытеснение воздуха из устройства. Однако он также может действовать как сливная труба. Это значит, что, когда устройство насыщается водой, второй трубопровод отводит воду в водосборный бак, в водопроводную сеть или водосборный дренажный резервуар.

В альтернативном варианте, первый трубопровод и второй трубопровод могут быть соединены каналом, как обсуждалось выше. Происходит дренаж насыщенного водой грунта, которая отводится вдоль канала вододренажного устройства в сторону второго отверстия и в систему утилизации, такую как бак, водопроводная сеть или водосборный дренажный резервуар. Если имеет место низкий уровень избыточной воды в грунте, вододренажное устройство может удерживать эту избыточную воду, пока грунт не станет достаточно сухим для рассеивания воды обратно в грунт. Если возникает высокий уровень избыточной воды, она может быть направлена вдоль канала в систему утилизации.

Вода может быть пропущена вдоль необязательного канала под действием силы тяжести, например, размещением вододренажного устройства с наклоном так, что второй конец вододренажного устройства находится ниже, чем первый конец вододренажного устройства. Угол наклона предпочтительно составляет от 2 до 10 градусов от горизонтали. Преимущество размещения дренажной системы с наклоном состоит в том, что нет необходимости в откачивании воды из дренажного элемента.

В альтернативном варианте, в сообщении по текучей среде со вторым отверстием канала может быть насос, причем насос направляет воду в сторону второго отверстия канала. Насос может быть в сообщении по текучей среде со вторым отверстием трубопровода, таким как труба. Вода может быть прокачана вдоль канала к системе утилизации воды, такой как бак, водопроводная сеть или водосборный дренажный резервуар. Преимущество применения насоса состоит в том, что дренажный элемент может быть размещен без наклона, и поэтому при монтаже не требуется выкапывание глубже на одном конце конструкции.

Возможно размещение как вододренажного устройства с наклоном, так и насосной системы.

При применении канал предпочтительно смещен в сторону первого направления, и вододренажное устройство ориентировано так, что первое направление представляет собой направление вниз. Для канала является благоприятным размещение у нижней части вододренажного устройства.

Водоудерживающая способность вододренажного устройства предпочтительно составляет по меньшей мере 80% объема, предпочтительно 80-99%, наиболее предпочтительно 85-95%. Чем выше водоудерживающая способность, тем больше воды может удержано для данного объема. Водоудерживающая способность вододренажного устройства является высокой благодаря открытопористой структуре и гидрофильности.

Количество воды, которое удерживается вододренажным устройством, когда оно

высвобождает воду, составляет менее 20 об.%, предпочтительно менее 10 об.%, наиболее предпочтительно менее 5 об.%. Удерживаемая вода может составлять от 2 до 20 об.%, такое как от 5 до 10 об.%. Чем меньше количество воды, удерживаемой вододренажным устройством, тем выше способность вододренажного устройства принимать больше воды. Вода может выходить из вододренажного устройства в результате рассеивания в грунт, когда окружающий грунт является сухим, и капиллярный баланс является таким, что вода рассеивается в грунт.

Буферная емкость вододренажного устройства, то есть, разность между максимальным количеством воды, которое может быть удержано, и количеством воды, которое удерживается, когда вододренажное устройство выделяет воду, предпочтительно составляет по меньшей мере 60 об.%, предпочтительно по меньшей мере 70 об.%, предпочтительно по меньшей мере 80 об.%. Буферная емкость может составлять величину от 60 до 90 об.%, такую как от 60 до 85 об.%. Преимущество такой высокой буферной емкости для накопления состоит в том, что вододренажное устройство может удерживать большой объем воды для данного объема, то есть, вододренажное устройство может удерживать большой объем воды, когда идет дождь, и высвободить большой объем воды в высохший окружающий грунт. Буферная емкость является столь высокой, поскольку вододренажное устройство требует низкого давления всасывания для удаления воды из нее.

Водоудерживающая способность, количество удерживаемой воды и буферная емкость вододренажного устройства могут быть измерены в соответствии со стандартом EN 13041:1999.

Вода удерживается в вододренажном устройстве, когда окружающий грунт является насыщенным, то есть, капиллярный баланс означает, что вода удерживается внутри вододренажного устройства. Когда окружающий грунт высыхает, капиллярный баланс смещается, и вода рассеивается из вододренажного устройства в окружающий грунт. Тем самым вода удерживается внутри вододренажного устройства, когда окружающий грунт является насыщенным. Когда окружающий грунт высыхает, вода рассеивается из вододренажного устройства в грунт. Тогда вододренажное устройство способно принимать больше воды, например, через трубу или трубопровод.

Структура вододренажного устройства является такой, что, когда вода может рассеиваться из подложки в грунт, вододренажное устройство не загрязняет землю. Это обеспечивается малым размером пор внутри вододренажного устройства. Поэтому нет необходимости в заворачивании вододренажного устройства в геотекстиль для предотвращения загрязнения. Это имеет то преимущество, что при сборке монтажнику не нужно вручную заворачивать вододренажное устройство в геотекстильный материал. Стадия заворачивания других вододренажных устройств является неудобной и занимающей много времени, поскольку ее выполняют на этапе монтажа. Вододренажное устройство согласно этому изобретению не создает эту проблему.

Вододренажное устройство может включать распределяющий нагрузку слой.

Распределяющий нагрузку слой предпочтительно размещают на верхней поверхности вододренажного устройства при его применении.

Распределяющий нагрузку слой может представлять собой связанный MMVF-слой, он предпочтительно имеет прочность на сжатие по меньшей мере 200 кПа, и прочность на сжатие может составлять вплоть до 1 МПа. Она предпочтительно составляет от 200 до 500 кПа, более предпочтительно от 300 до 400 кПа. Прочность на сжатие измеряют согласно Европейскому Стандарту EN 826:1996. Распределяющие нагрузку слои с такой прочностью на сжатие в особенности пригодны для применения в настоящем изобретении, так как они обеспечивают то, что нагрузки, воздействующие с поверхности грунта, не концентрируются в одной точке дренажного устройства, но, вместо этого, распределяются по большой площади.

Когда распределяющий нагрузку слой представляет собой связанный MMVF-слой, он предпочтительно имеет плотность по меньшей мере 100 кг/м<sup>3</sup>, такую как от 100 до 280 кг/м<sup>3</sup>, предпочтительно от 150 до 200 кг/м<sup>3</sup>, и плотность может быть до 600 кг/м<sup>3</sup>. Распределяющие нагрузку слои с такой плотностью особенно пригодны для применения в настоящем изобретении, так как они обеспечивают то, что нагрузки, воздействующие с поверхности грунта, не концентрируются в одной точке дренажного устройства, но, вместо этого, распределяются по большой площади.

Когда распределяющий нагрузку слой представляет собой связанный MMVF-слой, он предпочтительно является гидрофильным, то есть, привлекает воду. MMVF-слой находится в форме связанной массы. То есть, MMVF-слой, как правило, представляет собой связанную матрицу из MMVF-волокон, которые были получены как есть, но она также может быть сформирована гранулированием пластины из MMVF и уплотнением гранулированного материала.

Вододренажное устройство может дополнительно включать верхний слой над распределяющим нагрузку слоем. Верхний слой предпочтительно представляет собой траву, землю, искусственную траву, песок, гравий, глину, или их комбинации.

В одном варианте исполнения вододренажное устройство может дополнительно включать непроницаемое для жидкостей покрытие. Непроницаемое для жидкостей покрытие окружает вододренажное устройство. Непроницаемое для жидкостей покрытие может включать одно или более отверстий в местах размещения любого трубопровода. Например, непроницаемое для жидкостей покрытие может включать первое отверстие для описываемого здесь первого трубопровода. Оно также может включать второе отверстие для описываемого здесь второго трубопровода. Это обеспечивает возможность протекания воды в устройство или вытекание ее из устройства через трубопроводы. Однако предотвращается выход воды из устройства в иных местах, нежели у трубопроводов, благодаря непроницаемому для жидкостей покрытию.

Это покрытие было найдено благоприятным, когда вододренажное устройство размещено в местах, где нежелательно возникновение просачивания воды в окружающий грунт. Это может потребовать соблюдения правительственных постановлений.

Например, дождевая вода, которая была собрана посредством дренажной системы с твердых поверхностей, таких как дорожное покрытие или автостоянки, считается «загрязненной» водой. Это обусловлено остатками на твердой поверхности, такими как бензин, дизельное топливо и твердые металлы, которые могут быть унесены водой. Нежелательно, чтобы такая вода проникала в окружающий грунт, но вододренажное устройство согласно настоящему изобретению способно предотвращать затопление удерживанием избыточной воды и отведением ее надежно через трубопроводы в место утилизации воды.

Кроме того, также может быть нежелательным рассеивание воды в окружающий грунт из вододренажного устройства, когда сам окружающий грунт непригоден для просачивания. Это может быть обусловлено тем, что окружающий грунт загрязнен, и такая рассеянная вода вызвала бы распределение загрязняющих элементов в грунте. Это также может быть обусловлено тем, что грунт не способен поглощать воду, например, если он содержит большое количество глины. Опять же, вододренажное устройство согласно настоящему изобретению может предотвращать затопление удерживанием избыточной воды и отведением ее надежно через трубопроводы в место утилизации воды.

Непроницаемое для жидкостей покрытие согласно изобретению может включать материал, выбранный из следующего списка: термопластичный полимер, терморезистивный полимер, эластомер, природный полимер, синтетический полимер, фольга, такая как фольга, применяемая в сельском хозяйстве, бентонит, глина, спрессованные MMVF, или любой другой известный пластик. Непроницаемое для жидкостей покрытие согласно изобретению может включать поли-(пара-фениленовый) простой эфир (PPE), полиэтилен (PE), поливинилхлорид (PVC), или этилен-пропилен-диеновый мономер (EPDM).

Непроницаемое для жидкостей покрытие также может быть названо оберткой или манжетой. Вододренажное устройство может включать один или более слоев непроницаемого для жидкостей покрытия.

Настоящее изобретение также направлено на вододренажное устройство, включающее искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные водной связующей композицией, причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Вододренажное устройство является таким, как описано выше. Этот вариант исполнения может иметь любой из предпочтительных признаков, описанных выше для способа согласно изобретению.

Настоящее изобретение также относится к группе по меньшей мере из двух вододренажных устройств, причем вододренажные устройства включают искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные водной связующей композицией, причем

водная связующая композицией перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

В группе согласно изобретению по меньшей мере два вододренажных устройства могут быть идентичными. В альтернативном варианте, по меньшей мере два вододренажных устройства могут не быть идентичными.

Группа может состоять по меньшей мере из двух вододренажных устройств, размещенных рядом друг с другом, или в контакте друг с другом, так, что вода может рассеиваться из одного вододренажного устройства в следующее. Могут быть более, чем два вододренажных устройства, например, столь многочисленные устройства, как требуется для занятия желательной области.

Одно или более вододренажных устройств могут иметь любые из описанных выше предпочтительных признаков.

Одно из по меньшей мере двух вододренажных устройств предпочтительно включает первый трубопровод, как описанный выше.

Второе вододренажное устройство предпочтительно включает второй трубопровод, как описанный выше.

Одно из вододренажных устройств предпочтительно включает первый конец и второй конец, и канал, который является протяженным от первого отверстия на первом конце до второго отверстия на втором конце. В группе согласно настоящему изобретению одно или более из вододренажных устройств могут включать канал.

В одном варианте исполнения первое отверстие канала в первом вододренажном устройстве может быть в контакте с первым концом канала во втором вододренажном устройстве. Например, два или более вододренажных устройств могут быть в сообщении по текучей среде между собой, будучи соединенными каналом. Первое отверстие канала в первом вододренажном устройстве может быть в сообщении по текучей среде с первым отверстием канала во втором вододренажном устройстве. Второе отверстие канала в первом вододренажном устройстве может быть в сообщении по текучей среде с первым трубопроводом, принимающим воду, например, с кровельных желобов. Второе отверстие канала во втором вододренажном устройстве может быть в сообщении по текучей среде с первым отверстием канала в третьем вододренажном устройстве, или может быть в сообщении по текучей среде со вторым трубопроводом для переноса воды в водосборный бак. Тем самым может быть сформирована сетчатая структура из вододренажных устройств, все в сообщении по текучей среде. Каналы двух или более вододренажных устройств предпочтительно выстроены в линию, чтобы образовать более длинный канал.

Группа согласно изобретению является предпочтительной, так как она увеличивает объем воды, которая может удерживаться и затем быть рассеянной.

Настоящее изобретение также относится к применению вододренажного устройства для дренажа воды, причем вододренажное устройство включает



искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные водной связующей композицией, причем водная связующая композицией перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Этот вариант осуществления изобретения может иметь любой из дополнительных признаков, описанных выше для способа согласно изобретению.

Настоящее изобретение также относится к способу получения вододренажного устройства. Способ включает стадии:

- (i) обеспечения искусственных стекловидных волокон;
- (ii) распыления на искусственные стекловидные волокна водной связующей композиции;

(iii) сбора и уплотнения искусственных стекловидных волокон и отверждения водной связующей композиции с образованием вододренажного устройства;

причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;
- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

Вододренажное устройство может иметь любые из предпочтительных признаков, подробно обсуждаемых выше.

Искусственные стекловидные волокна могут быть сформированы из минерального расплава. Минеральный расплав получают стандартным способом, получением минеральных материалов и расплавлением их в печи. Эта печь может быть печью любого типа, известного для получения минеральных расплавов для MMVF, например, представлять собой шахтную печь, такую как вагранка, ванная печь, или циклонная печь.

Для формирования MMVF из минерального расплава может быть использован любой подходящий способ фиберизации. Фиберизация может представлять собой способ прядения с использованием вращающегося стакана, в котором расплав подвергают центробежно-экструзионной обработке через отверстия в стенках вращающегося стакана (прядельного стакана, также известного как внутреннее центрифугирование). В альтернативном варианте, фиберизация может представлять собой центробежную фиберизацию продавливанием расплава на наружную сторону одного измельчительного ротора с образованием волокон и прядением на нем, или на каскад многочисленных измельчительных роторов, которые вращаются вокруг по существу горизонтальной оси (каскадного прядельного устройства).

Затем расплав, сформированный таким образом в волокнистую массу, увлекается воздухом, и волокна собираются в ленту на конвейере, и выводятся из фиберирующего устройства. Затем ленту из волокон уплотняют, что может включать образование холста, и/или продольное сжатие, и/или вертикальное сжатие, и/или намотку вокруг оправки, для получения цилиндрического продукта для изоляции труб. Уплотнение также может быть

выполнено другими способами.

Связующую композицию предпочтительно наносят на волокна, когда они в виде комка увлекаются воздухом. В альтернативном варианте, она может быть нанесена после сбора на конвейере, но это является менее предпочтительным.

После уплотнения уплотненную ленту из волокон пропускают в отверждающее устройство для отверждения связующего материала.

В одном варианте исполнения отверждение проводят при температурах от 100 до 300°C, таких как от 170 до 270°C, таких как от 180 до 250°C, таких как от 190 до 230°C.

В предпочтительном варианте исполнения отверждение происходит в традиционной вулканизационной печи для получения минеральной ваты, предпочтительно действующей при температуре от 150 до 300°C, такой как от 170 до 270°C, такой как от 180 до 250°C, такой как от 190 до 230°C.

В одном варианте исполнения отверждение происходит в течение времени от 30 секунд до 20 минут, такого как от 1 до 15 минут, такого как от 2 до 10 минут.

В типичном варианте исполнения отверждение происходит при температуре от 150 до 250°C, в течение времени от 30 секунд до 20 минут.

Процесс отверждения может начинаться непосредственно после нанесения связующего материала на волокна. Отверждение определяется как процесс, в котором связующую композицию подвергают воздействию в условиях физической и/или химической реакции, причем в случае химической реакции обычно возрастает молекулярная масса соединений в связующей композиции, и тем самым повышается вязкость связующей композиции, обычно, пока связующая композиция не достигнет твердого состояния. Отвержденная связующая композиция связывает волокна с образованием структурно связанной матрицы из волокон.

В одном варианте исполнения отверждение связующего материала в контакте с минеральными волокнами происходит в термопрессе.

Отверждение связующего материала в контакте с минеральными волокнами в термопрессе имеет особенное преимущество в том, что оно позволяет получать высокоплотные изделия.

В одном варианте исполнения процесс отверждения включает высушивание под давлением. Давление может быть приложено нагнетанием воздуха или газа через смесь минеральных волокон и связующего материала или над нею.

#### Подробное описание фигур

Фигура 5 показывает вододренажное MMVF-устройство 1 согласно одному аспекту изобретения, которое было зарыто в грунт 2 и вблизи здания 3. Здание 3 имеет кровельные желоба 4, которые собирают воду с крыши 5 и направляет ее в вододренажное MMVF-устройство 1 через сточную трубу 6 и трубопровод 7. Трубопровод 7 находится в сообщении по текучей среде с вододренажным MMVF-устройством 1. Трубопровод 7 может примыкать к вододренажному MMVF-устройству 1, но предпочтительно он частично заделан в вододренажное MMVF-устройство 1, чтобы обеспечивать то, что

обломки породы не будут попадать в трубопровод 7. В части, которая заглублена в вододренажное ММVF-устройство 1, трубопровод 7 может быть снабжен отверстием 8 для усиления сообщения по текучей среде между трубопроводом 7 и вододренажным ММVF-устройством 1.

Фигура 6 показывает вододренажное устройство 100 с каналом 200, который является протяженным от первого конца вододренажного ММVF-устройства до второго конца вододренажного ММVF-устройства. Канал смещен в сторону нижней части вододренажного ММVF-устройства

### Примеры

#### Пример 1 - прочность на сжатие

Прочность на сжатие (по Y-направлению) определяли на восьми кубиках из ММVF с плотностью 75 кг/м<sup>3</sup>, имеющих размеры 10×10×10 см. Таблица 1 показывает результаты для кубиков с 2,1 вес.% связующего материала согласно изобретению и без любого смачивающего агента. Таблица 2 показывает результаты для кубиков с 2,1 вес.% связующего материала согласно изобретению и с лаурилэфирсульфатом натрия (SLES) в качестве смачивающего агента.

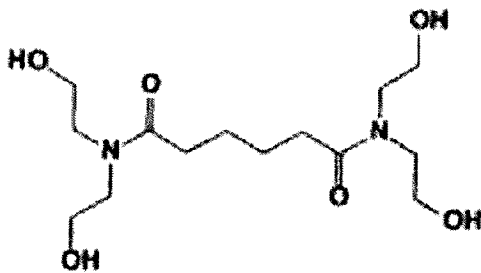
Связующий материал согласно изобретению имел следующий состав:

-AOL (аммонийный окисленный лигнин): 1000 кг (284 кг лигнина UPM BioPiva 100, 57 кг H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35%-ного), 53 кг NH<sub>4</sub>OH (24,7%-ного), 506 кг воды)

- пластификатор (PEG 200): 44 кг

- сшивающий агент (Primid XL552 - сшивающий агент β-гидроксиалкиламида (НАА), поставляемый фирмой EMS-Chemie AG): 22 кг.

Primid XL552 имеет следующую структуру:



**Primid XL-552**

Таблица 1 (связующий материал согласно изобретению без смачивающего агента)

Образец	Модуль упругости (E <sub>mod</sub> ) (МПа)	dl потока (мм)	F <sub>max</sub> (Н)	dl F <sub>max</sub> (мм)	F конечный (Н)	F <sub>max</sub> (кПа)
1	1,39	0,463	363,59	3,37	360,67	36,4
2	1,95	0,397	489,16	3,55	479,38	48,9

3	1,12	0,475	401,84	9,93	399,44	40,2
4	1,80	0,410	448,55	9,88	445,16	44,9
5	1,42	0,461	454,64	9,86	451,63	45,5
6	1,24	0,487	324,91	9,89	322,08	32,5
7	1,42	0,447	410,38	8,32	406,56	41,0
8	1,68	0,426	430,11	9,86	427,66	43,0
Среднее значение	1,49	0,45	415	8,08	412	42
Стандартное отклонение	0,32	0,03	53	2,90	51	5

Таблица 2 (связующий материал согласно изобретению со смачивающим агентом)

Образец	Emod (МПа)	dl потока (мм)	Fmax (Н)	dl Fmax (мм)	F конечный (Н)	Fmax (кПа)
1	1,46	0,473	431,06	9,87	426,86	43,1
2	1,42	0,485	458,25	9,93	456,24	45,8
3	1,14	0,501	344,85	9,86	342,79	34,5
4	0,98	0,534	328,68	9,69	326,83	32,9
5	1,35	0,473	389,8	3,82	370,93	39,0
6	1,29	0,520	427,97	9,83	425,19	43,8
7	1,67	0,488	473,18	9,73	468,93	47,3
8	1,17	0,498	375,65	9,80	372,34	37,6
Среднее значение	1,27	0,50	404	9,07	399	41
Стандартное отклонение	0,18	0,02	52	2,12	53	5

Прочность на сжатие вододренажных устройств со связующим материалом согласно изобретению (со смачивающим агентом и без него является сравнимой для других образцов минеральной ваты с плотностью 75 кг/м<sup>3</sup>).

#### Пример 2

Получили шесть различных подложек, и проанализировали на прочность при сжатии.

Продукт 1: MMVF-подложка, включающая 2,1 вес.% не содержащего формальдегид связующего материала согласно настоящему изобретению; плотность 76 кг/м<sup>3</sup>; 3,5 литра/тонну смачивающего агента (Техарон®). Связующий материал в этом продукте имел следующий состав:

-AOL (аммонийный окисленный лигнин): 1000 кг (284 кг лигнина UPM BioPiva 100, 57 кг H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35%-ного), 53 кг NH<sub>4</sub>OH (24,7%-ного), 506 кг воды)

- пластификатор (PEG 200): 44 кг

- сшивающий агент (Primid XL552 - сшивающий агент β-гидроксиалкиламида (НАА), поставляемый фирмой EMS-Chemie AG): 22 кг.

Продукт 2: MMVF-подложка, включающая 2,1 вес.% не содержащего формальдегид связующего материала согласно настоящему изобретению; плотность 76 кг/м<sup>3</sup>; без смачивающего агента. Связующий материал в этом продукте является таким же, как описанный выше в Продукте 1.

Сравнительный Продукт 1: MMVF-подложка, включающая 2,6 вес.% связующего материала на основе карбамидофенолформальдегидной смолы (PUF); плотность 77 кг/м<sup>3</sup>; 5,7 литров/тонну смачивающего агента (линейный алкилбензолсульфонат). Связующий материал в этом продукте был образован из следующего:

- 329 литров карбамидофенолформальдегидной смолы; 1337 литров воды; 13 литров водного аммиака; 30,5 литров сульфата аммония; 1,6 литра аминсилана VS-142 от фирмы Momentive.

Сравнительный Продукт 2: MMVF-подложка, включающая 2,6 вес.% связующего PUF-материала; плотность 77 кг/м<sup>3</sup>; 3,5 литров/тонну смачивающего агента (Техарон®). Связующий материал в этом продукте является таким же, как описанный выше в Сравнительном Продукте 1.

Сравнительный Продукт 3: MMVF-подложка, включающая 2,8 вес.% не содержащего формальдегид связующего материала; плотность 78 кг/м<sup>3</sup>; 6,7 литров/тонну смачивающего агента (линейный алкилсульфонат). Связующий материал в этом продукте был образован реакцией друг с другом следующих компонентов:

185 кг ААА-смолы: 239 кг декстрозы: 575 кг воды: 1,1 кг силана. ААА-смола получили следующим образом:

90 кг диэтанолamina (DEA) поместили в реактор емкостью 400 л, и нагревали до 60°C. Затем добавили 75 кг тетрагидрофталевого ангидрида (ТНРА). После повышения температуры и выдерживания ее при 130°C в течение 1 часа, добавили 50 кг тримеллитового ангидрида (ТМА). Реакционную смесь охладили до 95°C, добавили воду, и смесь перемешивали в течение 1 часа.

Сравнительный Продукт 4: MMVF-подложка, включающая 2,8 вес.% не содержащего формальдегид связующего материала; плотность 78 кг/м<sup>3</sup>; 3,5 литров/тонну смачивающего агента (Техарон®). Связующий материал в этом продукте является таким же, как описанный выше в Сравнительном Продукте 3.

Результаты показаны в Фигурах 1А-1Е. Сжатие измеряли как во влажном, так и в сухом состоянии согласно стандарту EN826 от 1996 года для изоляционных материалов, со следующими отклонениями:

- в стандарте EN 826 начальную деформацию X<sub>0</sub> и критическую прочность на сжатие σ<sub>c</sub> и σ<sub>e</sub> не рассчитывают.

- Европейские (EN) стандарты для изоляционных материалов требуют, что испытательные образцы нужно хранить и измерять при  $(23\pm 5)^\circ\text{C}$ . В случае разногласий хранение и измерение должны проводиться при  $(23\pm 2)^\circ\text{C}$  и  $(50\pm 5)\%$ -ной относительной влажности (R.H.), так как это считается не оказывающим никакого влияния на минеральную вату.

Количество связующего материала, используемого в Продуктах 1 и 2 согласно изобретению, является значительно более низким, чем количества, применяемые в Сравнительных Продуктах 1-4. Однако, несмотря на это, результаты сравнительного сжатия видны, когда сравнивают со связующим PUF-материалом и еще одним не содержащим формальдегид связующим материалом. Поэтому с использованием меньших количеств связующего материала согласно изобретению достигают эквивалентной прочности на сжатие. Следовало ожидать, что увеличение количества связующего материала согласно изобретению до 2,8 вес.% приводило бы к повышению прочности на сжатие. Однако достижение сравнимой прочности на сжатие при меньших количествах создает дополнительное преимущество в сокращении общего количества связующего материала в продукте.

### Пример 3

Были измерены величины накопления, среднего дренирования и среднего просачивания образцами MMVF.

Накопление, дренирование и просачивание были измерены, как обсуждается ниже:

- Сначала формируют плексигласовую колонку с использованием песка и испытуемого образца MMVF. Колонку сначала наполняют песком до высоты приблизительно 25 см. Затем размещают вододренажное устройство на вершине песка. Затем колонку наполняют водой из соседнего резервуара.

- Регистрируют увеличение веса и количество времени, затраченного на добавление 5 литров воды в колонку. Колонку наполняют, пока воду можно было увидеть поверх минеральной ваты. Затем добавление воды прекращают. Теперь вся вода накоплена в вате.

- Затем колонку дренируют. Для каждых 2 литров воды, дренированной из колонки, отмечают время и вес. Это проводят в течение приблизительно 2 часов. Затем клапан для дренирования закрывают.

- Оставшаяся вода просачивается в песчаный наполнитель, которая выходит из колонки через шланг в ведра. Вес и время после выведения 2 литров воды измеряют как можно дольше.

- Повторяют цикл накопления, дренирования и просачивания.

Были протестированы подложки, описанные ниже в Таблице 3, и результаты показаны в Фигурах 2, 3 и 4.

Таблица 3

Образец	Тип	Плотность (кг/м <sup>3</sup> )	Смачивающий агент

1	Связующий материал согласно изобретению; без смачивающего агента	75	нет
2	Связующий материал согласно изобретению, смачивающий агент (Техарон®)	75	да (Техарон)
3	Связующий PUF-материал; смачивающий агент (Rewopal)	120	да (Rewopal)
4	Связующий PUF-материал; без смачивающего агента	120	нет
5	Связующий PUF-материал; без смачивающего агента	75	нет

Связующий материал согласно изобретению и связующий PUF-материал были получены, как описано выше в Примере 2.

Из результатов можно видеть, что образцы согласно изобретению со смачивающим агентом или без него проявляют сходные свойства. Поэтому смачивающий агент не оказывает значительное действие.

Образцы согласно изобретению (Образцы 1 и 2) накапливают быстрее, чем все другие сравниваемые типы минеральной ваты.

Дренажное Обращением 1 и 2 (согласно изобретению) происходит быстрее, чем Обращением 3 и 4, и подобно Образцу 5.

Просачивание через Образцы 1 и 2 (согласно изобретению) протекает быстрее, чем через все сравниваемые типы минеральной ваты.

#### Пример 4

Связующий материал, как применяемый в вододренажном устройстве согласно изобретению, получили следующим образом:

3267 кг воды загружают в реактор емкостью 6000 л, и затем добавляют 287 кг водного аммиака (24,7%-ного). Затем 1531 кг лигнина UPM BioPiva 100 медленно добавляют на протяжении периода времени от 30 минут до 45 минут. Смесь нагревают до 40°C, и выдерживают при этой температуре в течение 1 часа. После 1 часа проводят проверку наличия нерастворенного лигнина. Это делают проверкой раствора на стеклянной пластинке или прибором Хегмана. Нерастворенный лигнин виден как мелкие частицы в коричневом связующем материале. Во время стадии растворения раствор лигнина будет изменять цвет от коричневого до блестящего черного.

После полного растворения лигнина добавляют 1 литр пеногасителя (Skumdæmper 11-10 от NSĀ-Verodan). Температуру партии поддерживают при 40°C.

Затем начинают добавление 307,5 кг 35%-ного пероксида водорода. Пероксид водорода дозируют со скоростью 200-300 литров/час. Первую половину пероксида

водорода добавляют со скоростью 200 л/час, после чего скорость дозирования увеличивают до 300 литров/час.

Во время добавления пероксида водорода температуру реакционной смеси регулируют нагреванием или охлаждением таким образом, что достигают конечной температуры реакции 65°C.

После 15 минут протекания реакции при 65°C реакционную смесь охлаждают до температуры ниже 50°C. Тем самым получают смолу, имеющую COOH-значение 1,2 ммол/г твердых веществ.

Из вышеуказанной AOL-смолы связующий материал был образован добавлением 270 кг полиэтиленгликоля 200 и 433 кг 31%-ного раствора Primid XL-552 в воде.

Анализ конечного связующего материала показал следующие данные:

Содержание твердых веществ 18,9%; значение pH: 9,7;

вязкость 25,5 мПа·сек;

плотность 1,066 кг/л.

#### Примеры окисления лигнина

##### Примеры I

Пример IA - окисление лигнина в водном растворе аммиака пероксидом водорода:

Количества ингредиентов, использованных согласно примеру IA, приведены в таблице IA 1.1 и IA 1.2.

Хотя крафт-лигнин растворим в воде при относительно высоком значении pH, известно, что при определенном процентном по весу содержании вязкость раствора будет резко возрастать. Как правило, представляется, что причиной возрастания вязкости является сочетание образования прочных водородных связей и взаимодействия  $\pi$ -электронов многочисленных ароматических циклов, присутствующих в лигнине. Для крафт-лигнина резкое возрастание вязкости наблюдалось при содержании около 21-22 вес.% в воде, и в представленном примере использовали 19 вес.% крафт-лигнина.

Водный раствор аммиака был использован как основание в стадии корректирования величины pH. Количество было фиксированным при 4 вес.%, в расчете на общий вес реакционной смеси. Значение pH после стадии корректирования величины pH и в начале окисления составляло 10,7.

Таблица IA2 показывает результаты элементного анализа на CHNS до и после окисления крафт-лигнина. Перед анализом образцы были подвергнуты тепловой обработке при 160°C для удаления адсорбированного аммиака. Анализ показал, что определенное количество азота становилось частью структуры окисленного лигнина во время процесса окисления.

Во время тестирования в группах экспериментов было определено, что для окисления является благоприятным добавление всего количества пероксида водорода на протяжении короткого интервала времени, в отличие от добавления пероксида водорода малыми порциями в течение длительного периода времени. В настоящем примере использовали 2,0 вес.% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, в расчете на общий вес реакционной смеси.



Окисление представляет собой экзотермическую реакцию, и при добавлении пероксида отмечено повышение температуры. В этом примере температуру поддерживали при 60°C в течение трехчасовой реакции.

После окисления увеличилось количество функциональных групп лигнина на грамм образца, по определению методом  $^{31}\text{P}$  ЯМР и титрования в водной среде. Приготовление образца для снятия  $^{31}\text{P}$  ЯМР-спектра было выполнено с использованием 2-хлор-4,4,5,5-тетраметил-1,2,3-диоксафосфолана (TMDP) в качестве реагента фосфитилирования, и холестерин в качестве внутреннего стандарта. Были сняты ЯМР-спектры крафт-лигнина до и после окисления, и результаты обобщены в таблице IA3.

Изменение содержания COOH-групп было определено титрованием в водной среде и с использованием следующей формулы:

$$C_{(\text{COOH}, \text{ ммоль/г})} = \frac{(V_{2s, \text{мл}} - V_{1s, \text{мл}}) - (V_{2b, \text{мл}} - V_{1b, \text{мл}}) * C_{\text{кислота, моль/л}}}{m_{s, \text{г}}}$$

где  $V_{2s}$  и  $V_{1s}$  представляют предварительно установленные конечные объемы образца, тогда как  $V_{2b}$  и  $V_{1b}$  представляют объем для контрольного опыта.  $C_{\text{кислота}}$  представляет 0,1М раствор HCl в этом случае, и  $m_s$  представляет вес образца. Значения, полученные титрованием в водной среде до и после окисления, показаны в таблице IA4.

Средняя COOH-функциональность может быть также количественно определена числом омыления, которое представляет количество мг KOH, необходимое для омыления 1 г лигнина. Такой способ можно найти в инструкции Американского общества нефтехимиков AOCS Official Method Cd 3-25.

Среднюю молекулярную массу также определяли до и после окисления с использованием колонки для гель-проникающей хроматографии PSS PolarSil с системой «диметилсульфоксид/вода» в качестве элюента (9:1 (объем/объем), с 0,05 М LiBr), и УФ-детектором при 280 нм. Комбинация концентрации COOH-групп и средней молекулярной массы также позволяла рассчитать среднее содержание карбоксильных кислотных групп на макромолекулу лигнина, и эти результаты показаны в таблице IA5.

Пример IV - масштабирование окисления лигнина в аммиаке пероксидом водорода до полупромышленного масштаба

Окисление лигнина пероксидом водорода представляет собой экзотермический процесс, и значительное повышение температуры было отмечено при добавлении пероксида даже в лабораторном масштабе. Это, естественно, составляет проблему при масштабировании химических процессов, поскольку количество выделяемого тепла соотносится с размерами в третьей степени (по объему), тогда как охлаждение обычно возрастает с размерами только в квадратной степени (по площади). В дополнение, вследствие высокой вязкости липких промежуточных продуктов технологическое оборудование должно быть тщательно выбрано или спроектировано. Таким образом, масштабирование было тщательно разработано и выполнено в несколько этапов.

Первый этап масштабирования был выполнен от 1 л (лабораторный масштаб) до 9

л, с использованием профессионального смесителя из нержавеющей стали с очень эффективным механическим перемешиванием. Масштабирование привело только к слегка более высокой конечной температуре, нежели полученная в лабораторном масштабе, что было отнесено на счет эффективного воздушного охлаждения реактора и медленного добавления пероксида водорода.

Следующий этап масштабирования был проведен в закрытом реакторе емкостью 200 л с эффективной водяной рубашкой и эффективной пропеллерной мешалкой. Масштаб в это время составлял 180 л, и пероксид водорода добавляли в две стадии с приблизительно 30-минутным интервалом. Это масштабирование оказалось относительно удачным, хотя довольно существенное пенообразование составляло определенную проблему вследствие высокой степени заполнения реактора. Для регулирования вспенивания на пену набрызгивали небольшое количество пеногасителя пищевого сорта. Наиболее важным было достижение регулируемой температуры, и с использованием внешнего водяного охлаждения были получены конечные температуры ниже 70°C.

Реакции в полупромышленном масштабе были проведены в реакторе емкостью 800 л с рубашкой водяного охлаждения и при перемешивании с использованием пропеллерной мешалки с двойными лопатками. 158 кг лигнина (UPM LignoBoost TM BioPiva 100) с содержанием сухого вещества 67 вес.% были измельчены для разрушения комков и суспендированы в 224 кг воды, и перемешаны с образованием однородной суспензии. При непрерывном перемешивании в реактор закачали 103 кг 25%-ного раствора аммиака в воде, и перемешивали в течение дополнительных 2 часов с образованием темного вязкого раствора лигнина.

К перемешиваемому раствору лигнина в течение 15 минут добавляли 140 кг 7,5 вес.% при температуре 20-25°C пероксида водорода. Температуру и уровень пены тщательно контролировали во время и после добавления пероксида водорода, и в охлаждающую рубашку подавали охлаждающую воду, чтобы поддерживать приемлемый уровень пены и повышение температуры менее 4°C в минуту, а также конечной температуры ниже 70°C. После того, как повышение температуры прекратилось, охлаждение отключили, и смесь продуктов перемешивали еще в течение дополнительных 2 часов перед переносом в транспортный контейнер.

На основе опытов с масштабированием можно было бы сделать вывод, что, даже если реакции являются экзотермическими, большая часть теплоты реакции фактически сбалансирована теплоемкостью воды, нагреваемой от комнатной температуры до около 60°C, и только последняя часть должна быть отведена охлаждением. Следует отметить, что благодаря этому, и ввиду короткого времени реакции, этот способ был бы идеальным для масштабирования и способа интенсификации с использованием реакторов непрерывного действия, таких как магистральные смесители, трубчатые реакторы или реакторы CSTR-типа (непрерывного действия с одновременным поступлением реагентов и выведением продуктов). Это обеспечивало бы хороший контроль температуры и более четко определенный реакционный процесс.

Испытания масштабированных партий показали, что полученный окисленный лигнин имел свойства в соответствии с партиями, образованными в лаборатории.

**Таблица IA 1.1**

Количества материалов, использованных в форме их поставки:

Материал	Вес.%
Крафт-лигнин UPM BioPiva 100	28
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 30%-ный по весу раствор в воде	6,6
NH <sub>3</sub> , 25%-ный по весу водный раствор	16
Вода	49,4

**Таблица IA 1.2**

Количества использованного активного материала:

Материал	Вес.%
Крафт-лигнин	19
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	2
NH <sub>3</sub>	4
Вода	75

**Таблица IA 2**

Элементный анализ крафт-лигнина до и после окисления:

Образец	N (вес.%)	C (вес.%)	H (вес.%)	S (вес.%)
Крафт-лигнин	0,1	64,9	5,8	1,7
Аммонийный окисленный крафт-лигнин	1,6	65,5	5,7	1,6

**Таблица IA 3**

Распределение функциональных групп в крафт-лигнине до и после окисления, полученное <sup>31</sup>P ЯМР-методом:

Образец	Концентрация (ммол/г)		
	Алифатические OH	Фенольные OH	Кислотные OH
Крафт-лигнин	1,60	3,20	0,46
Аммонийный окисленный крафт-лигнин	2,11	3,60	0,80

**Таблица IA 4**

Содержание COOH-групп в ммол/г по определению титрованием в водной среде:

Образец	COOH-группы (ммол/г)
Крафт-лигнин	0,5

Аммонийный окисленный крафт-лигнин	0,9
------------------------------------	-----

**Таблица IA 5**

Таблица IA 5. Среднечисленная ( $M_n$ ) и средневзвешенная ( $M_w$ ) молекулярные массы, как определенные гель-проникающей хроматографией, выраженные в г/моль, вместе со средним содержанием карбоксильных кислотных групп на макромолекулу лигнина до и после окисления

Образец	$M_n$ , г/моль	$M_w$ , г/моль	Средняя COOH-функциональность
Крафт-лигнин	1968	21105	0,9
Аммонийный окисленный крафт-лигнин	2503	34503	2,0

**Примеры II**

В нижеследующих примерах были получены некоторые окисленные лигнины.

Были определены следующие свойства окисленных лигнинов:

*Содержание твердых компонентов:*

Содержание каждого из компонентов в данном растворе окисленного лигнина приведено в расчете на безводную массу компонентов, или как указано ниже.

Крафт-лигнин был поставлен фирмой UPM как продукт BioPiva100<sup>TM</sup> в виде сухого порошка. 25%-ный раствор  $NH_4OH$  был приобретен у фирмы Sigma-Aldrich и использован в форме поставки.  $H_2O_2$ , 30%-ный раствор (CAS № 7722-84-1) был приобретен у фирмы Sigma-Aldrich и использован в форме поставки, или с разбавлением водой. PEG 200 был приобретен у фирмы Sigma-Aldrich, и считался безводным для простоты, и был использован как есть. PVA ( $M_w$  89000-98000,  $M_w$  85000-124000,  $M_w$  130000,  $M_w$  146000-186000) (CAS № 9002-89-5) были приобретены у фирмы Sigma-Aldrich, и считались безводными для простоты, и были использованы как есть. Мочевина (CAS № 57-13-6) была приобретена у фирмы Sigma-Aldrich, и использована в форме поставки, или разбавлена водой. Глицерин (CAS № 56-81-5) был приобретен у фирмы Sigma-Aldrich, и считался безводным для простоты, и был использован как есть.

*Твердые компоненты окисленного лигнина*

Содержание окисленного лигнина после нагревания до 200°C в течение 1 часа обозначено как «сухой твердый материал», и указано как процентное содержание оставшегося веса после нагревания.

Дискообразные образцы каменной ваты (диаметр: 5 см; высота 1 см) были вырезаны из каменной ваты и подвергнуты предварительному нагреванию при 580°C в течение по меньшей мере 30 минут, для удаления всех органических компонентов. Твердые вещества связующей смеси были измерены распределением образца связующей смеси (приблизительно 2 г) на термически обработанном диске каменной ваты в контейнере из оловянной фольги. Вес контейнера из оловянной фольги, содержащего диск каменной ваты, определили до и сразу после добавления связующей смеси. Изготовили

два таких содержащих связующую смесь диска каменной ваты в контейнерах из оловянной фольги, и затем нагревали их при 200°C в течение 1 часа. После охлаждения и выдерживания при комнатной температуре в течение 10 минут образцы взвесили, и содержание твердых материалов рассчитали как среднее значение из двух результатов.

#### Содержание COOH-групп

Изменение содержания COOH-групп также определили титрованием в водной среде и с использованием следующей формулы:

$$C_{(COOH, \text{ ммол/г})} = \frac{(V_{2s, \text{ мл}} - V_{1s, \text{ мл}}) - (V_{2b, \text{ мл}} - V_{1b, \text{ мл}}) * C_{\text{кислота, моль/л}}}{m_{s, \text{ г}}}$$

где  $V_{2s}$  и  $V_{1s}$  представляют предварительно установленные конечные объемы образца, тогда как  $V_{2b}$  и  $V_{1b}$  представляют объем для контрольного опыта.  $C_{\text{кислота}}$  представляет 0,1М раствор HCl в этом случае, и  $m_s, \text{ г}$  представляет вес образца.

#### Способ получения окисленного лигнина:

1) Воду и лигнин смешали в 3-горлой стеклянной круглодонной колбе в водяной бане при комнатной температуре (20-25°C) во время перемешивания, соединенной с холодильником и устройством регистрации температуры. Перемешивание проводили в течение 1 часа.

2) Добавили аммиак 1 порцией при перемешивании.

3) Повышали температуру до 35°C нагреванием, если слегка экзотермическая реакция с аммиаком не обеспечивала повышения температуры.

4) Измеряли значение pH.

5) Добавили пластификатор PEG200 и перемешивали в течение 10 минут.

6) После того, как лигнин полностью растворился после приблизительно 1 часа, медленно одной порцией добавили 30%-ный  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

7) Экзотермическая реакция при добавлении  $\text{H}_2\text{O}_2$  повысила температуру в стеклянной круглодонной колбе - если температура реакционной смеси была ниже 60°C, температуру повышали до 60°C, и образец выдерживали при 60°C в течение 1 часа.

8) Затем круглодонную колбу извлекли из водяной бани и оставили остывать до комнатной температуры.

9) Отобрали образцы для определения содержания сухого твердого материала, COOH, вязкости, плотности и pH.

#### Композиции окисленного лигнина

Далее приведены кодовые номера примера окисленного лигнина, соответствующие кодовым номерам, использованным в Таблице II.

#### Пример IIА

71,0 г лигнина UPM Biopiva 100 растворили в 149,0 г воды при 20°C, и добавили 13,3 г 25%-ного  $\text{NH}_4\text{OH}$ , и перемешивали в течение 1 часа на магнитной мешалке, после чего медленно добавили 16,8 г 30%-ого  $\text{H}_2\text{O}_2$  при перемешивании. Температуру повысили до 60°C в водяной бане. После 1 часа окисления водяную баню охладили, и тем самым

остановили реакцию. Полученный материал анализировали на СООН, содержание сухого твердого материала, рН, вязкость и плотность.

#### Пример IIIЕ

71,0 г лигнина UPM Biopiva 100 растворили в 88,8 г воды при 20°C, и добавили 13,3 г 25%-ного NH<sub>4</sub>OH, и перемешивали в течение 1 часа на магнитной мешалке. Добавили PEG 200, 22,8 г, и перемешивали в течение 10 минут, после чего медленно добавили 16,7 г 30%-ого H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> при перемешивании. Температуру повысили до 60°C в водяной бане. После 1 часа окисления водяную баню охладили, и тем самым остановили реакцию. Полученный материал анализировали на СООН, содержание сухого твердого материала, рН, вязкость и плотность.

#### Пример IIIС

71,0 г лигнина UPM Biopiva 100 растворили в 57,1 г воды при 20°C, и добавили 13,3 г 25%-ного NH<sub>4</sub>OH, и перемешивали в течение 1 часа с использованием механической мешалки, после чего медленно добавили 16,6 г 30%-ого H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> при перемешивании. Температуру повысили до 60°C в водяной бане. После 1 часа окисления водяную баню охладили, и тем самым остановили реакцию. Полученный материал анализировали на СООН, содержание сухого твердого материала, рН, вязкость и плотность.

#### Пример IIIF

71,0 г лигнина UPM Biopiva 100 растворили в 57,1 г воды при 20°C, и добавили 13,3 г 25%-ного NH<sub>4</sub>OH, и перемешивали в течение 1 часа с использованием механической мешалки. Добавили PEG 200, 19,0 г, и перемешивали в течение 10 минут, после чего медленно добавили 16,6 г 30%-ого H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> при перемешивании. Температуру повысили до 60°C в водяной бане. После 1 часа окисления водяную баню охладили, и тем самым остановили реакцию. Полученный материал анализировали на СООН, содержание сухого твердого материала, рН, вязкость и плотность.







Начальный лигнин, конц. Весовая доля водного раствора	0,32	0,44	0,55	0,80	0,44	0,55	0,80	0,44	0,55	0,80	0,44	0,55	0,80	0,44	0,55	0,80	0,44	0,55	0,80
--	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

[\*] неоднородный черный густой раствор; [\*\*]черный раствор;

[\*\*\*] однородный черный густой раствор.

Пример III:

Смешали 8,5 л горячей воды (50°C) и 1,9 л NH<sub>4</sub>OH (24,7%-ного), после чего медленно добавили 9,0 кг лигнина (UPM bioriva 100) в течение 10 минут при интенсивном перемешивании (660 об/мин, 44 Гц).

Температура повысилась вследствие высоких сдвиговых нагрузок. Через 30 минут добавили 4 л горячей воды, и материал перемешивали в течение дополнительных 15 минут перед добавлением оставшейся части горячей воды (5 л). Отобрали образцы для анализа нерастворенного лигнина с использованием шкалы Хегмана и измерений величины pH.

Эту предварительную смесь затем перенесли в роторно-статорное устройство и устройство для проведения реакции, где было выполнено окисление с использованием H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (17,5 об.%). Устройство для проведения реакции, использованное в этом случае, имеет, по меньшей мере частично, реакционную трубу и реакционный резервуар. Дозирование предварительной смеси составляло 150 л/час, и H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> дозировали с расходом 18 л/час.

В данном случае использовали роторно-статорное устройство Cavitron CD1000 для проведения стадии смешения/окисления. Роторно-статорное устройство действовало со скоростью 250 Гц (с окружной скоростью 55 м/сек), с противодавлением 2 бар (0,2 МПа). Время выдерживания в реакционной трубе составляло 3,2 минуты, и в реакционном резервуаре 2 часа.

Температура предварительной смеси составляла 62°C, и в стадии окисления температура повысилась до 70°C.

Конечный продукт анализировали на содержание COOH-групп, сухого твердого материала, pH, вязкость и остаточное количество H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Таблица III:

Пример	Сухой твердый материал, 200°C, 1 час, %	COOH, ммол/г твердых веществ	pH	Вязкость
III	22,3	1,13	9,6	средняя

Пример IV:

Смешали 484 л горячей воды (70°C) и 47,0 л NH<sub>4</sub>OH (24,7%-ного), и после этого медленно добавляли 224,0 кг лигнина (UPM bioriva 100) в течение 15 минут при интенсивном перемешивании. Отобрали образцы для анализов нерастворенного лигнина с использованием шкалы Хегмана и измерений величины pH.

Эту предварительную смесь затем перенесли в статический смеситель и смеситель/теплообменник, где проводили окисление с использованием H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35 об.%). Дозирование предварительной смеси составляло 600 л/час, и H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> дозировали с расходом 17,2 л/час. Время выдерживания в смесителе/теплообменнике составляло 20 минут.

Температура смеси во время стадии окисления повышалась до 95°C.

Конечный продукт анализировали на содержание COOH-групп, сухого твердого материала, pH, вязкость и остаточное количество H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Связующий материал был получен на основе этого AOL: 49,3 г AOL (19,0% твердых веществ), 0,8 г Primid XL552 (100% твердых веществ) и 2,4 г PEG200 (100% твердых веществ) смешали с 0,8 г воды для получения 19% твердых веществ; и затем использовали для испытания механических свойств в стержневых испытаниях.

#### Стержневые испытания

Механическую прочность связующих материалов тестировали в стержневом испытании. Для каждого связующего материала изготовили 16 стержней из смеси связующего материала и порциями каменной ваты из процесса прядения каменной ваты.

Образец этого связующего раствора, имеющего 15% сухого твердого материала (16,0 г), тщательно смешали с порциями (80,0 г). Затем полученной смесью заполнили четыре желобка в форме из термостойкого силикона для получения маленьких стержней (4×5 желобков на форму; верхний размер желобка: длина=5,6 см, ширина=2,5 см; нижний размер желобка: длина=5,3 см, ширина=2,2 см; высота желобка=1,1 см). Затем смеси, помещенные в желобки, спрессовали плоским металлическим стержнем подходящего размера для формирования ровных поверхностей стержней. Этим путем изготовили 16 стержней из каждого связующего материала. Затем полученные стержни отвердили при 200°C. Длительность отверждения составляла 1 час. После охлаждения до комнатной температуры стержни осторожно извлекли из контейнеров. Пять из стержней были выдержаны в водяной бане при 80°C в течение 3 часов.

После высушивания в течение 1-2 дней состаренные образцы, а также пять несостаренных стержней, были разрушены в 3 точках испытанием на изгиб (скорость испытания: 10,0 мм/мин; уровень излома: 50%; номинальная прочность: 30 Н/мм<sup>2</sup>; дистанция опоры: 40 мм; максимальный прогиб 20 мм; номинальный модуль упругости 10000 Н/мм<sup>2</sup>;) на приборе Bent Tram, для исследования механической прочности их. Стержни были помещены в прибор «верхней поверхностью» вверх (то есть, поверхностью с размерами длины=5,3 см, ширины=2,5 см).

Название образца	Характеристики AOL			Стержневые испытания	
	Твердые материалы, 200°C, 1 час, %	COOH (ммол/г твердых веществ)	Вязкость	Начальная прочность (кН)	Прочность после состаривания (кН)
Пример IV	17,7	1,69	низкая	0,28	0,11

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ дренажа воды, включающий стадии:

- обеспечения вододренажного устройства, причем вододренажное устройство включает искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией;

- размещения вододренажного устройства в контакте с грунтом, причем вододренажное устройство поглощает воду и высвобождает воду в приемник;

причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;

- компонент (iia) в форме одного или более модификаторов.

2. Способ по п. 1, в котором компонент (i) находится в форме одного или более аммонийных окисленных лигнинов (AOL).

3. Способ по п. 1 или 2, в котором компонент (iia) включает один или более модификаторов, выбранных из группы, состоящей из:

- эпоксирированных масел на основе триглицеридов жирных кислот;

- молекул, имеющих 3 или более эпоксидных групп;

- одного или более гибких олигомеров или полимеров, содержащих функциональные группы, где предпочтительно

(a) полимер на акриловой основе с низким значением Tg, полимер на винильной основе с низким Tg, простой полиэфир с низким Tg, и/или

(b) реакционноспособные функциональные группы выбирают из карбодиимидных групп, ангидридных группы, оксазолиновых групп, аминогрупп, эпоксидных групп;

- полиэтиленимина, поливиниламина или жирных аминов;

- алифатических полифункциональных карбодиимидов.

4. Способ по любому предшествующему пункту, в котором водная связующая композиция включает компонент (iia) в количестве от 1 до 40 вес.%, предпочтительно от 4 до 20 вес.%, более предпочтительно от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

5. Способ по любому предшествующему пункту, дополнительно включающий:

- компонент (ii) в форме одного или более сшивающих агентов;

- компонент (iii) в форме одного или более пластификаторов.

6. Способ по п. 5, в котором компонент (ii) включает, по меньшей мере, один из следующих компонентов:

- один или более сшивающих агентов, выбранных из  $\beta$ -гидроксиалкиламидных сшивающих агентов и/или оксазолиновых сшивающих агентов.

- один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленимина, поливиниламина, жирных аминов; и/или

- один или более сшивающих агентов в форме жирных амидов; и/или

- один или более сшивающих агентов, выбранных из группы, состоящей из диметоксиэтанола, гликолевого альдегида, глиоксалево́й кислоты; и/или

- один или более сшивающие агенты, выбранные из сложнополиэфирных полиолов, таких как поликапролактон, и/или
- один или более сшивающие агентов, выбранных из группы, состоящей из крахмала, модифицированного крахмала, карбоксиметилцеллюлозы (СМС); и/или
- один или более сшивающих агентов в форме алифатических полифункциональных карбодиимидов; и/или
- один или более сшивающих агентов, выбранных из сшивающих агентов на основе меламина, таких как сшивающие агенты на основе гексакис(метилметокси)меламина (НМММ).

7. Способ по п.5 или п.6, в котором компонент (iii) включает, по меньшей мере, один из следующих компонентов:

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленгликолей, простых эфиров полиэтиленгликоля, простых полиэфиров, гидрированных сахаров, фталатов и/или кислот, таких как адипиновая кислота, ванилиновая кислота, молочная кислота и/или феруловая кислота, акриловых полимеров, поливинилового спирта, полиуретановых дисперсий, этиленкарбоната, пропиленкарбоната, лактонов, лактамов, лактидов, полимеров на акриловой основе со свободными карбоксильными группами, и/или полиуретановых дисперсий со свободными карбоксильными группами; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алифатических спиртов, одноатомных спиртов, таких как пентанол, стеариловый спирт; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алкоксилатов, таких как этоксилаты, такие как этоксилаты бутанола, такие как бутокситриглицоль; и/или
- один или более пластификаторов в форме пропиленгликолей; и/или
- один или более пластификаторов в форме сложных эфиров гликолей; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из адипинатов, ацетатов, бензоатов, циклобензоатов, цитратов, стеаратов, сорбатов, себацинатов, азелаинатов, бутиратов, валератов; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из фенольных производных, таких как алкил- или арилзамещенные фенолы; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из силанолов, силоксанов; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из сульфатов, таких как алкилсульфаты, сульфоноватов, таких как алкиларилсульфонаты, таких как алкил, и/или
- сульфонаты, фосфаты, такие как триполифосфаты; и/или
- один или более пластификаторов в форме оксикислот; и/или
- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из

мономерных амидов, таких как ацетамиды, бензамид, амиды жирных кислот, такие как амиды таллового масла; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из четвертичных аммониевых соединений, таких как триметилглицин, хлорид дистеарилдиметиламмония; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из растительных масел, таких как касторовое масло, пальмовое масло, льняное масло, талловое масло, соевое масло; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из гидрированных масел, ацелированных масел; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из метиловых сложных эфиров кислот; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из алкилполиглюкозидов, глюконамидов, аминоклюкозамидов, сложных эфиров сахаров, сложных эфиров сорбитана; и/или

- один или более пластификаторов, выбранных из группы, состоящей из полиэтиленгликолей, простых эфиров полиэтиленгликоля.

8. Способ по любому одному из п.п.5-7, в котором

(a) компонент (ii) присутствует в количестве от 1 до 40 вес.%, предпочтительно от 4 до 20 вес.%, более предпочтительно от 6 до 12 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i); и/или

(b) компонент (iii) присутствует в количестве от 0,5 до 50, предпочтительно от 2,5 до 25, более предпочтительно от 3 до 15 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

9. Способ по любому предшествующему пункту, в котором водная связующая композиция включает один или более из:

дополнительный компонент (iv) в форме одного или более связующих веществ, таких как органофункциональные силаны; и/или

компонент (v) в форме одного или более компонентов, выбранных из группы аммиака, аминов, или любых их солей; и/или

дополнительный компонент в форме мочевины, в частности, в количестве от 5 до 40 вес.%, таком как от 10 до 30 вес.%, таком как от 15 до 25 вес.%, в расчете на сухой вес компонента (i).

10. Способ по любому предшествующему пункту, в котором водная связующая композиция по существу состоит из:

- компонента (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;

- компонента (iia) в форме одного или более модификатора, выбранного из эпоксицированных масел на основе триглицеридов жирных кислот;

- компонента (iv) в форме одного или более связующих веществ, таких как органофункциональные силаны;

- необязательно, компонента в форме одного или более соединений, выбранных из

группы аммиака, аминов, или любых их солей;

- необязательно, компонента в форме мочевины;
- необязательно, компонента в форме более реакционноспособных или нереакционноспособных силиконов;
- необязательно, углеводородного масла;
- необязательно, одного или более поверхностно-активных веществ; и
- воды.

11. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство включает:

(a) первый трубопровод, имеющий первый открытый конец и второй открытый конец, причем первый открытый конец находится в сообщении по текучей среде с вододренажным устройством, причем предпочтительно первый трубопровод пропускает воду в вододренажное устройство; и необязательно

(b) второй трубопровод, имеющий первый открытый конец и второй открытый конец, причем первый открытый конец второго трубопровода находится в сообщении по текучей среде с вододренажным устройством, причем предпочтительно второй трубопровод выводит воздух из вододренажного устройства.

12. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство включает канал, который является протяженным от первого конца вододренажного устройства в сторону второго конца вододренажного устройства, причем первый и второй концы размещены противоположно, и причем первый конец канала предпочтительно находится в сообщении по текучей среде с водой из первого трубопровода и/или второго трубопровода.

13. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство поглощает воду из грунтовой воды, из кровельных желобов и/или из дренажных систем строений или улиц.

14. Способ по любому предшествующему пункту, в котором приемник выбирают из следующего списка: грунта, резервуара, бака, трубопровода, канала, водосборного пункта, сточной канавы, или канализационного коллектора.

15. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство включает MMVF, имеющие геометрический диаметр волокон от 1,5 до 10 микрон (мкм), предпочтительно от 2 до 8 микрон (мкм), более предпочтительно от 2 до 5 микрон (мм).

16. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство имеет объем в диапазоне от 10 литров до 300 литров, предпочтительно от 100 литров до 250 литров, более предпочтительно от 150 литров до 200 литров.

17. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство свободно от любого смачивающего агента.

18. Способ по любому предшествующему пункту, в котором вододренажное устройство имеет краевой угол с водой менее  $90^\circ$ , и гидравлическую проводимость от 5

м/день до 300 м/день, предпочтительно от 50 м/день до 200 м/день.

19. Вододренажное устройство, включающее искусственные стекловидные волокна (MMVF), связанные отвержденной водной связующей композицией, причем водная связующая композиция перед отверждением включает;

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (iia) в форме одного или более модификатора.

20. Устройство по п. 19, дополнительно включающее признаки по любому из п.п. 2-18.

21. Узел из двух или более вододренажных устройств согласно п.19 или п.20.

22. Способ получения вододренажного устройства, включающий стадии:

(i) обеспечения искусственных стекловидных волокон;

(ii) распыления на искусственные стекловидные волокна водной связующей композиции;

(iii) сбора и уплотнения искусственных стекловидных волокон и отверждения водной связующей композиции с образованием вододренажного устройства;

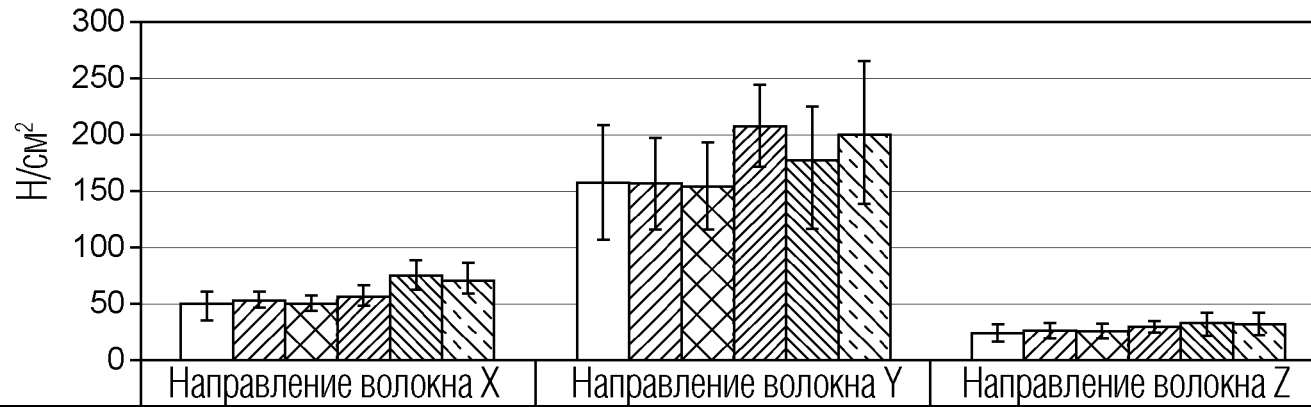
причем водная связующая композиция перед отверждением включает:

- компонент (i) в форме одного или более окисленных лигнинов;
- компонент (iia) в форме одного или более модификатора.

По доверенности



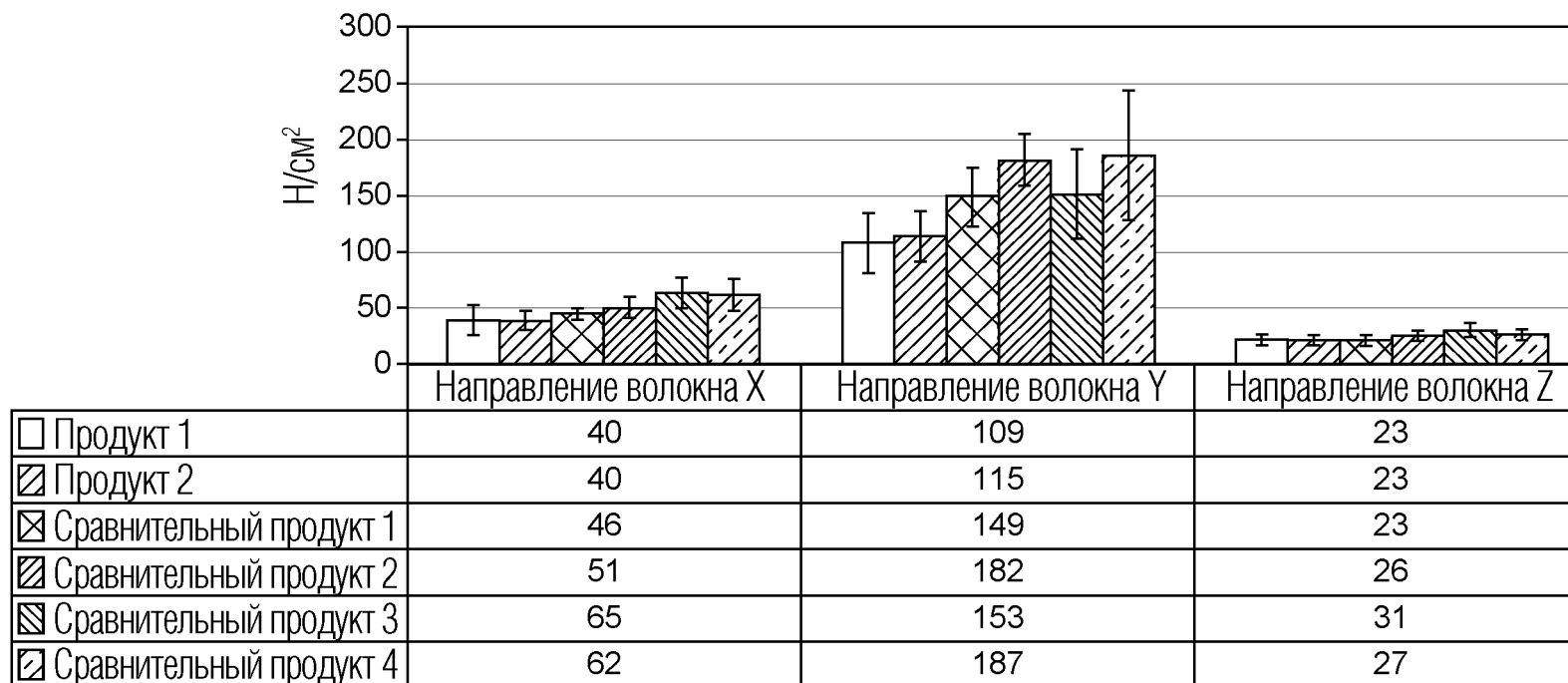
Сжатие сухого синтетического волокнистого продукта



	Направление волокна X	Направление волокна Y	Направление волокна Z
□ Продукт 1	49	159	25
▨ Продукт 2	53	158	28
▩ Сравнительный продукт 1	51	155	27
▧ Сравнительный продукт 2	57	208	30
▦ Сравнительный продукт 3	77	179	34
▤ Сравнительный продукт 4	72	202	33

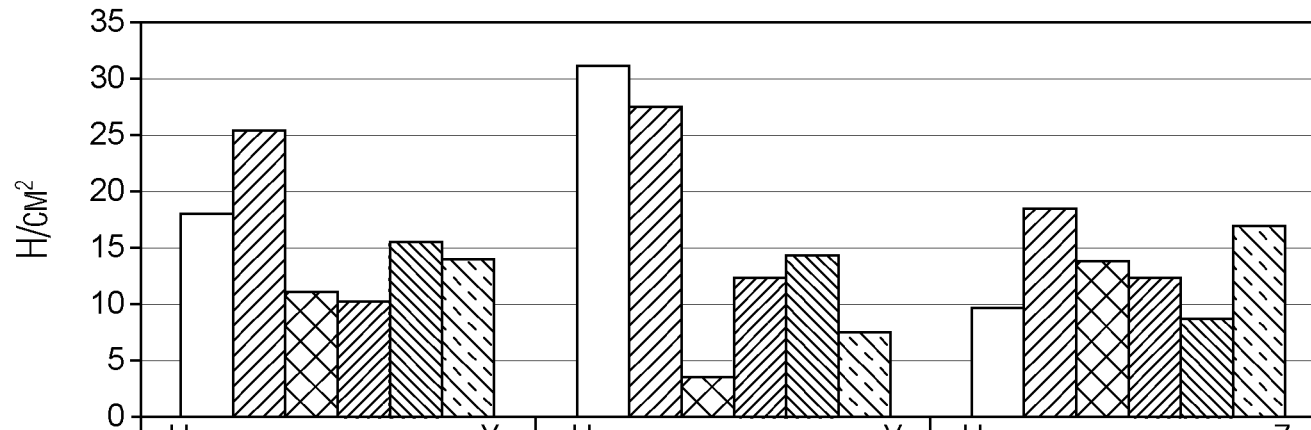
ФИГ. 1А

Сжатие влажного синтетического волокнистого продукта



ФИГ. 1В

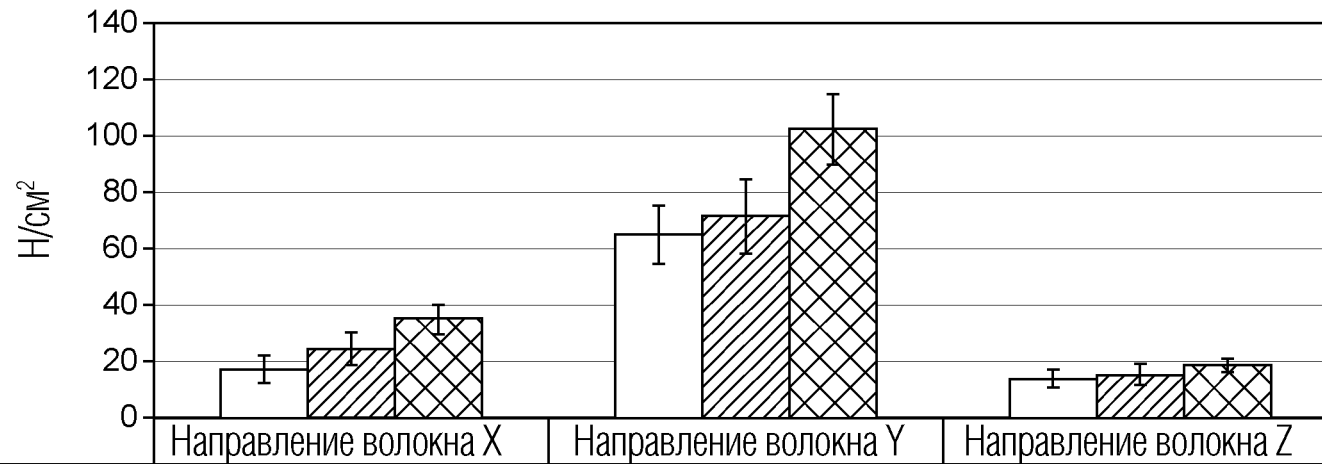
Снижение сжатия между сухим и влажным



	Направление волокна X	Направление волокна Y	Направление волокна Z
□ Продукт 1	18	31	10
▨ Продукт 2	25	28	19
⊠ Сравнительный продукт 1	11	4	14
▧ Сравнительный продукт 2	10	12	12
▩ Сравнительный продукт 3	16	15	9
▤ Сравнительный продукт 4	14	8	17

ФИГ. 1С

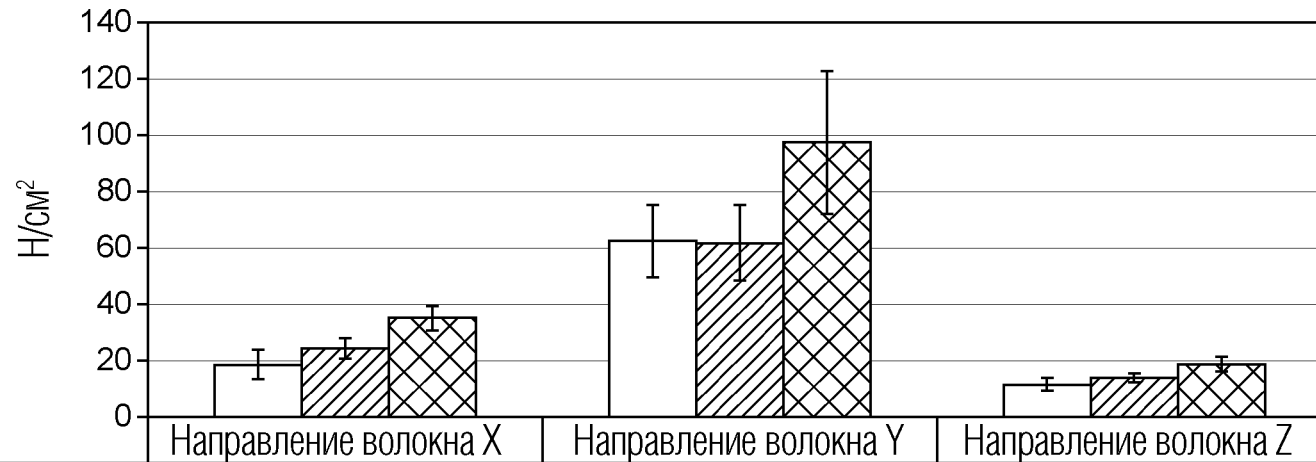
Сжатие сухого волокнистого продукта



□ Продукт 1	18	66	14
▨ Продукт 2	25	72	15
▩ Сравнительный продукт 2	35	103	19

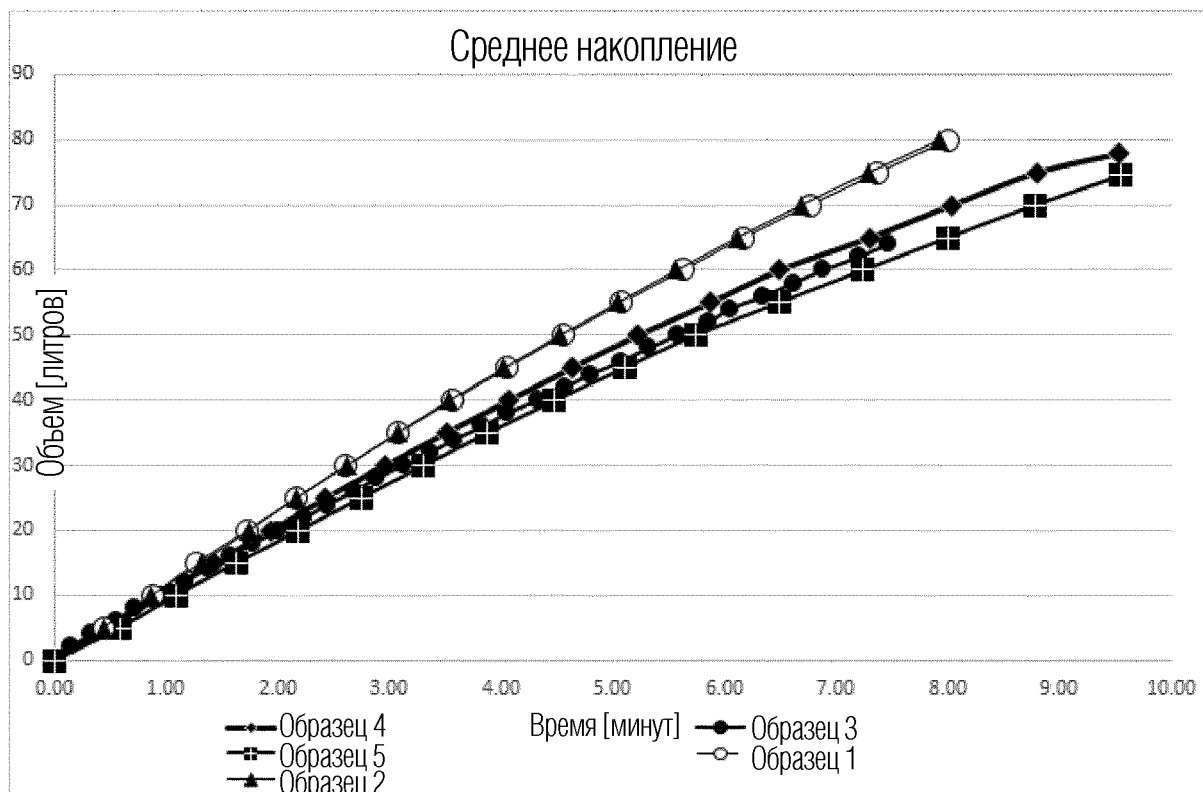
ФИГ. 1D

Сжатие влажного волокнистого продукта

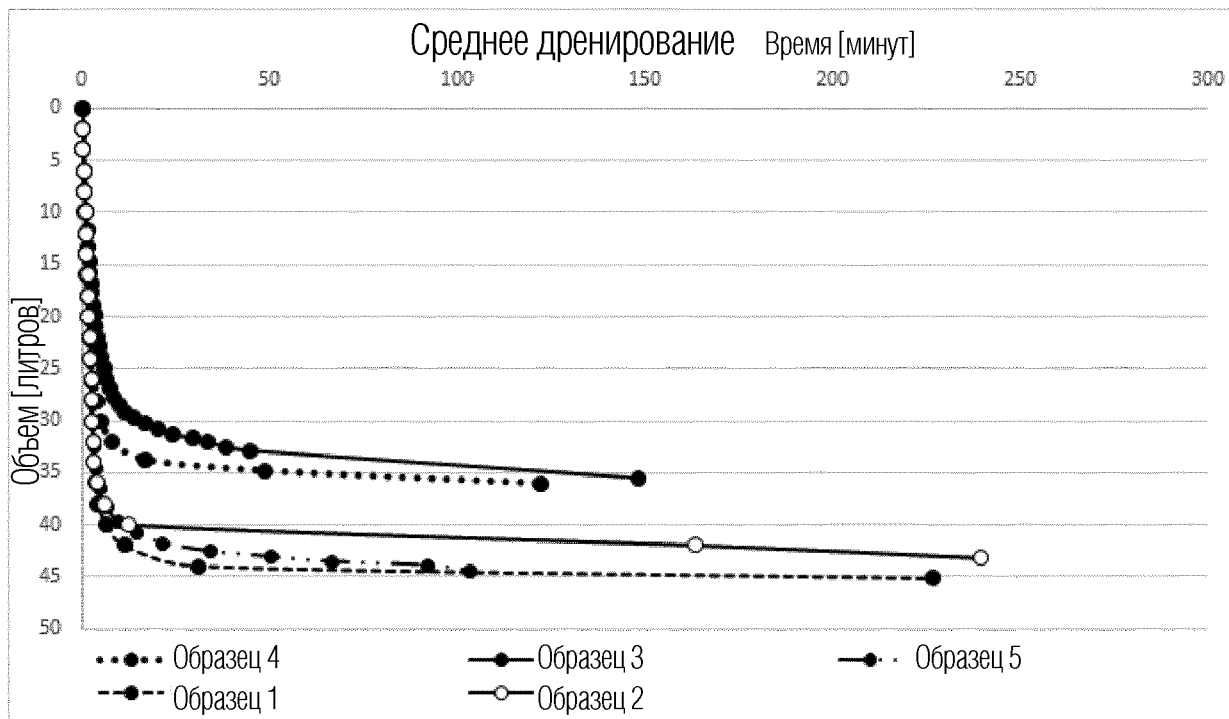


□ Продукт 1	19	62	11
▨ Продукт 2	24	62	14
▩ Сравнительный продукт 2	35	98	18

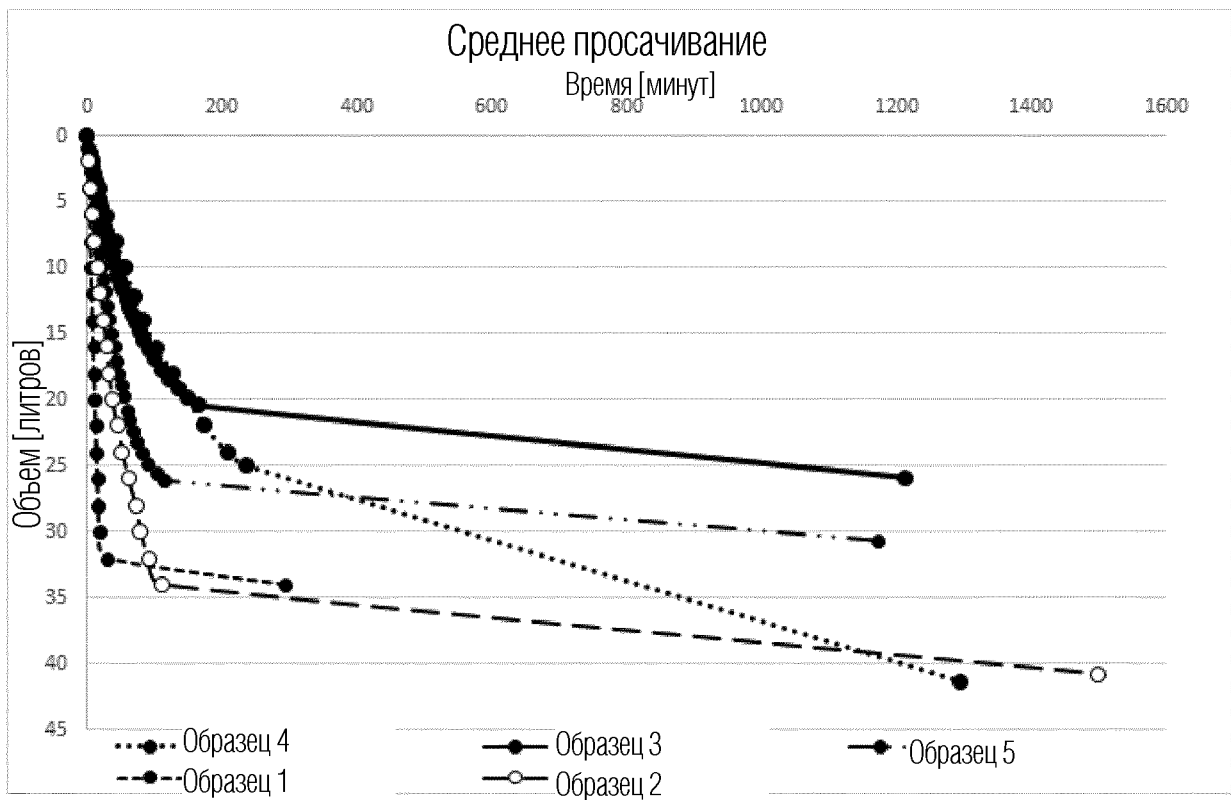
ФИГ. 1Е



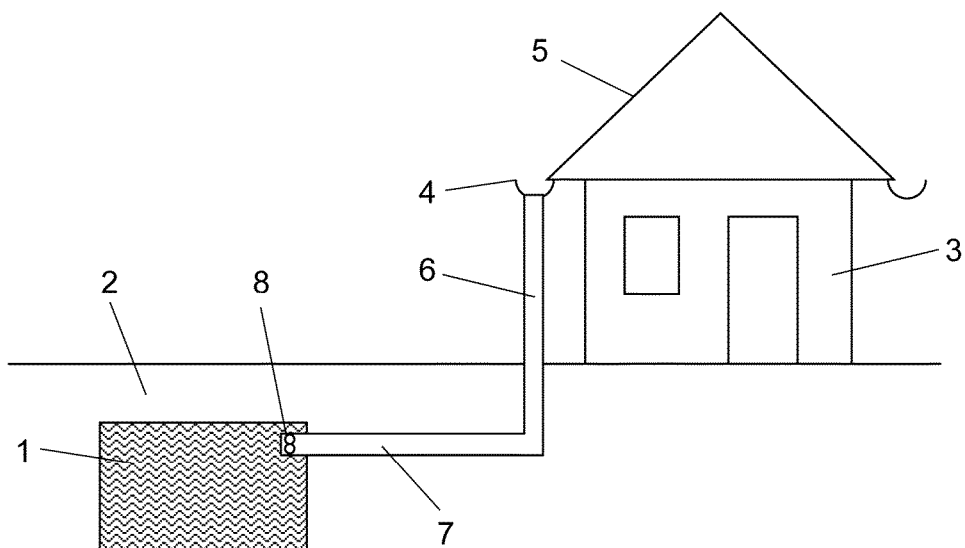
ФИГ. 2



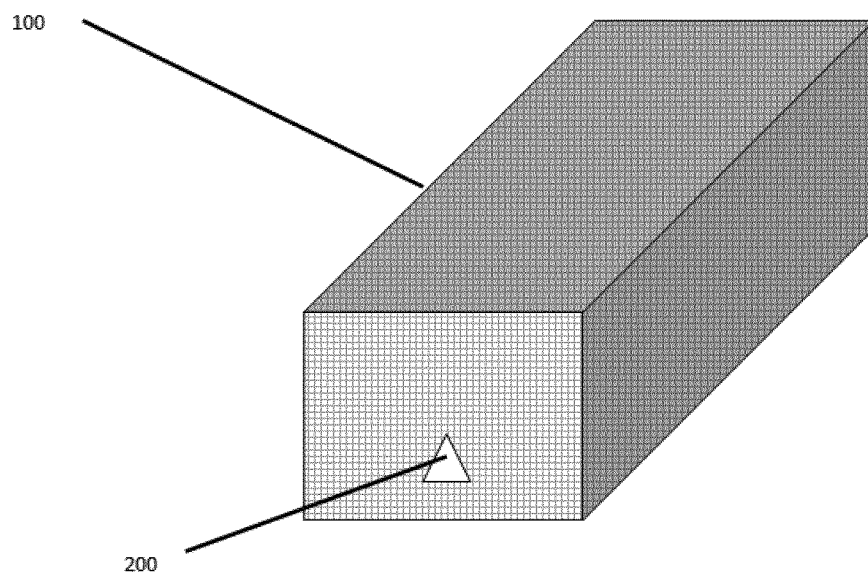
ФИГ. 3



ФИГ. 4

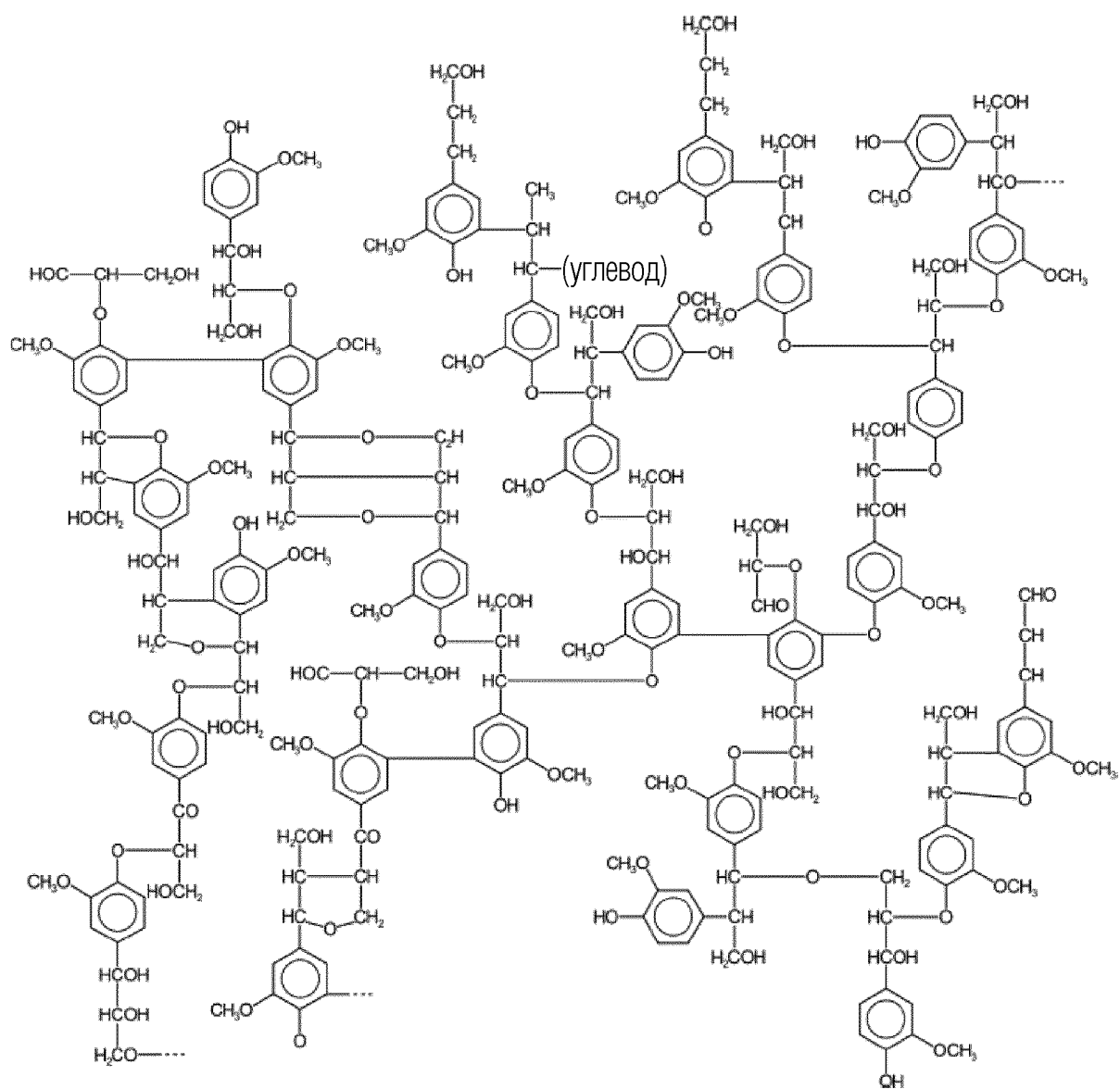


ФИГ. 5



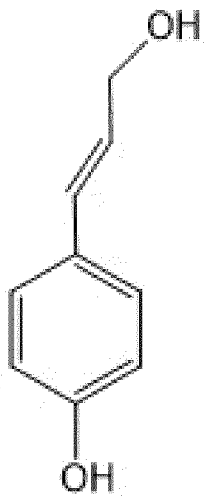
ФИГ. 6



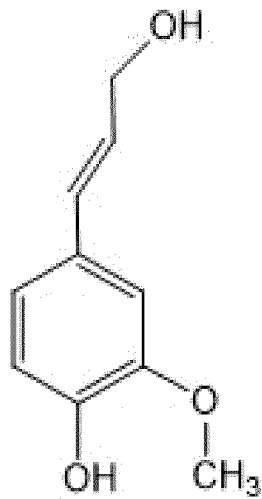


ФИГ. 7

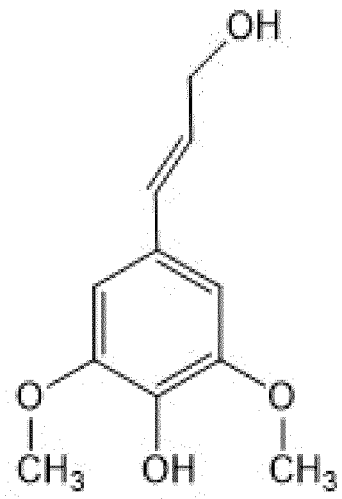
## Прекурсоры лигнина



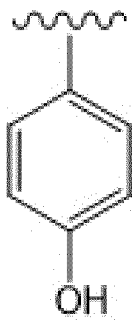
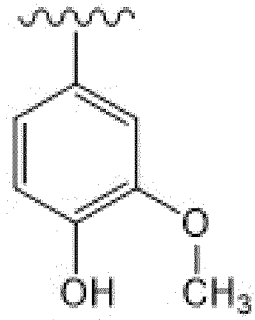
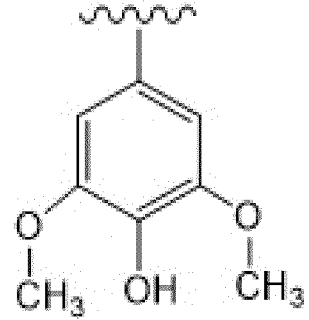
пара-куманил



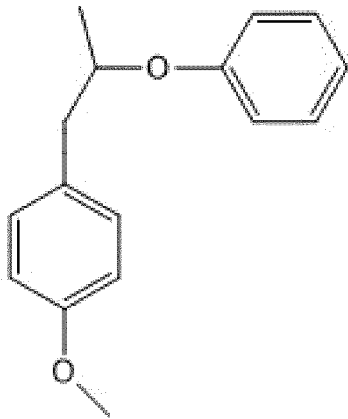
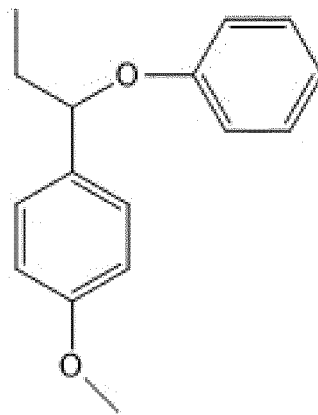
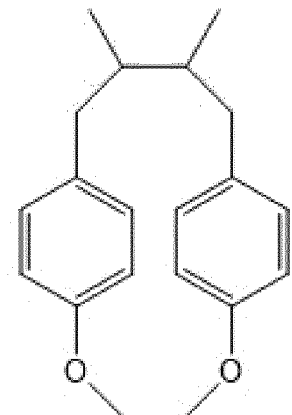
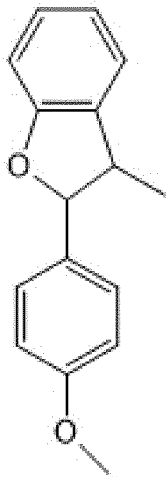
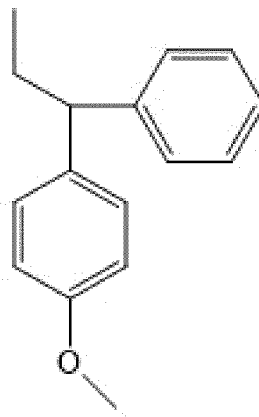
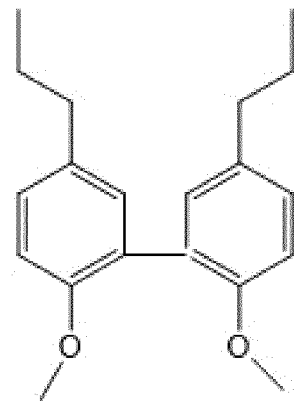
коницерил



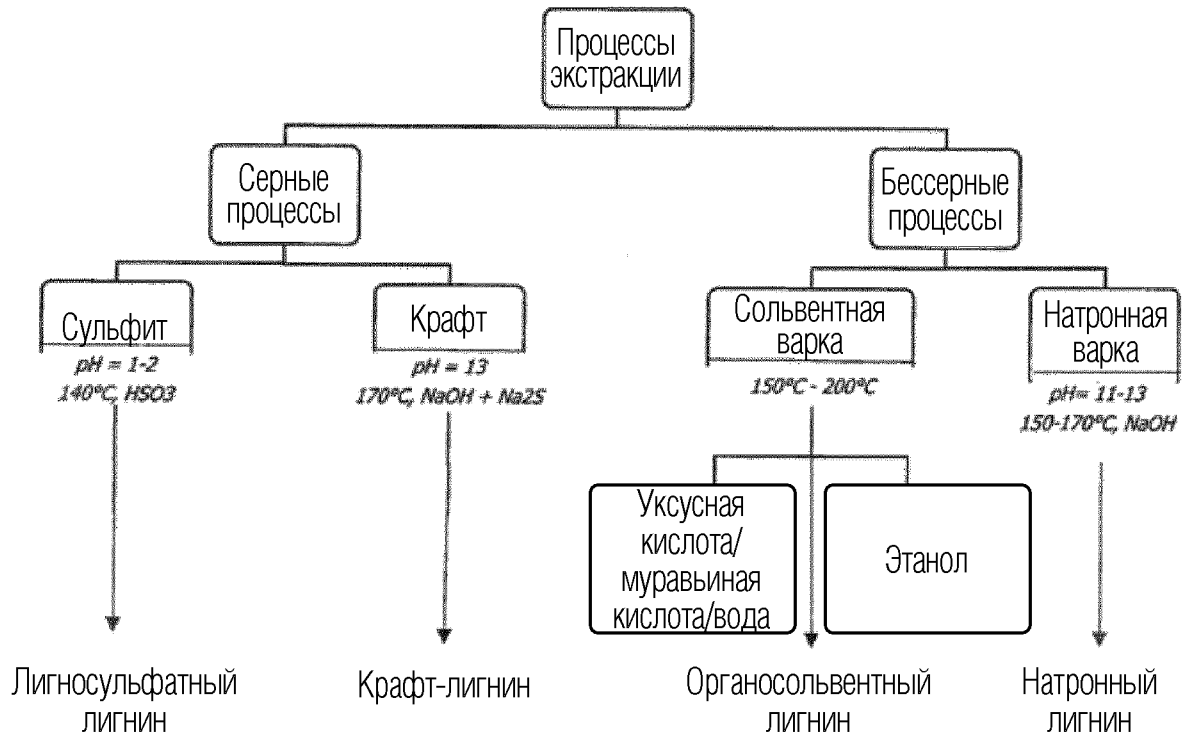
синапил

пара-гидроксифенил  
(H)гвайацил  
(S)сирингил  
(S)

## Общие межблочные связи

 $\beta\text{-O-4'}$  $\alpha\text{-O-4'}$  $\beta\text{-}\beta'$  $\beta\text{-5'}$  $\beta\text{-1'}$  $5\text{-5'}$ 

ФИГ. 8 (продолжение)



ФИГ. 9

## Свойства технических лигнинов

Тип лигнина	Лигносульфонаты		Бессерные лигнины	
	Крафт	Лигносульфат	Натронный	Органосольвентный
Сырьевые материалы	Мягкая древесина Твердая древесина	Мягкая древесина Твердая древесина	Однолетние растения	Мягкая древесина, Твердая древесина, Однолетние растения
Растворимость	Щелочь, Органические растворители	Вода	Щелочь	Широкий диапазон органических растворителей
Среднечисленная молекулярная масса (Ms-гмол <sup>-1</sup> )	1000-3000	15,000-50,000	800-3000	500-5000
Полидисперсность	2.5-3.5	6-8	2.5-3.5	1.5-2.5
<b>T<sub>g</sub>(°C)</b>	140-150	130	140	90-110

ФИГ. 10

**ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ**  
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

**202391947**

**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**  
см. дополнительный лист

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

**Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:**

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)  
E03F, E02C, E02B, C03C, C08H, C08L, C09J, D04H

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)  
ЕАПАТИС, Esp@cenet, PatSearch, Google Patents, PATENTSCOPE

**В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ**

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	EP 2895662 B1 (ROCKWOOL INT) 27.06.2018.	1-22
A	CA 3061973 A1 (ROCKWOOL INT) 15.11.2018.	1-22
A	US 2018009708 A1 (SAINT GOBAIN ISOVER) 11.01.2018.	1-22
A	US 9006369 B2 (ADAM GEORGIUS ABIDAL) 14.04.2015.	1-22
A	CA 2887015 A1 (GEORGIA PACIFIC CHEMICALS LLC) 10.04.2014.	1-22
A	RU 2286364 C2 (ДЖОРДЖИЯ-ПАСИФИК РЕЗИНС, ИНК.) 27.10.2006.	1-22

последующие документы указаны в продолжении

\* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

«Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

«У» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **15/09/2023**

Уполномоченное лицо:

Начальник отдела механики,  
физики и электротехники



Д.Ф. Крылов

**ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ**  
(дополнительный лист)

Номер евразийской заявки:

**202391947**

**КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ (продолжение графы А)**

***E03F 1/00 (2006.01)***  
***E02B 11/00 (2006.01)***  
***C03C 25/34 (2006.01)***  
***C08H 7/00 (2011.01)***  
***C08L 97/00 (2006.01)***  
***C09J 197/00 (2006.01)***  
***D04H 1/4209 (2012.01)***  
***D04H 1/587 (2012.01)***  
***D04H 1/64 (2012.01)***