



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 667 642 A5

⑤① Int. Cl.⁴: C 04 B 35/02

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 610/85

㉔ Anmeldungsdatum: 11.02.1985

㉓ Priorität(en): 12.03.1984 US 588577

㉒ Patent erteilt: 31.10.1988

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 31.10.1988

㉗ Inhaber:
Armstrong World Industries, Inc., Lancaster/PA
(US)

㉘ Erfinder:
Barrall, Jeffery Lee, Lancaster/PA (US)
Leib, Ronald Jay, Lancaster/PA (US)
Morris, Debra Lynne (-Truman), Lancaster/PA
(US)

㉚ Vertreter:
Bovard AG, Bern 25

⑤④ **Verfahren zur Herstellung eines Verbundschichtkörpers.**

⑤⑦ Der Verbundschichtkörper wird hergestellt, indem auf wenigstens einer Seite wenigstens einer Schicht wenigstens einer Art von Schichtmaterial aus einem Phosphatbindemittelgemisch aufgetragen wird. Das Bindemittelgemisch enthält ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure. Das Gemisch dient als wasserbeständige Deckschicht oder zum Binden von weiteren Schichten von Schichtmaterial. Dieser Schichtkörper wird anschliessend gehärtet, vorzugsweise unter Anwendung von Wärme- und/oder Druck.

Es können feuerbeständige Produkte erhalten werden, die bei Wärme- oder direkter Flammeneinwirkung quillen und nur wenig oder überhaupt keinen Rauch erzeugen. Das Produkt ist dennoch zäh, dauerhaft und kann für dekorative Elemente verwendet werden.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung eines Verbundschichtkörpers, dadurch gekennzeichnet, dass auf wenigstens eine Seite wenigstens einer Schicht wenigstens einer Art von Schichtmaterial eine Schicht aus einem Phosphatbindemittelgemisch, enthaltend ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure aufgebracht wird, wobei dieses Gemisch geeignet ist, ein wasserbeständiges Phosphatbindemittelmaterial als Deckschicht oder zum Binden weiterer Schichten von Schichtmaterial zu bilden, und der Schichtkörper gehärtet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Schichtkörper unter Anwendung von Wärme und/oder Druck gehärtet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch in einer Dicke von 0,025 bis 0,5 mm aufgebracht wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch als mechanisch geschäumter Schaum aufgebracht wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch als im wesentlichen kontinuierliche Schicht aufgebracht wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch als im wesentlichen diskontinuierliche Schicht aufgebracht wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Metalloxid ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Calciumoxid und Zinkoxid sowie Hydraten davon.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch Aluminiumoxidtrihydrat enthält.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch als eine im wesentlichen gleichförmige Schicht aufgebracht wird.

10. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittelgemisch als eine im wesentlichen diskontinuierliche Schicht aufgebracht wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht synthetisches Glimmerschichtmaterial enthält.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht ein gewebtes, nichtgewebtes oder ein geschnittenes synthetisches Glasschichtmaterial enthält.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht ein Packpapierschichtmaterial enthält.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht ein Drahtnetzschichtmaterial enthält.

15. Verbundschichtkörper, erhalten nach einem der Ansprüche 1 bis 14.

BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Verbundschichtkörpers, insbesondere eines für Wände, Trennwände, dekorative Oberflächen und dergleichen verwendbaren Verbundschichtkörper.

Der Aufbau von laminierten Plattenmaterialien war bereits Gegenstand umfangreicher Untersuchungen in der Industrie. Insbesondere ist nach Stoffen gesucht worden, die geringes Gewicht aufweisen, gut aussehen sowie robust, dauerhaft und feuerbeständig sind. Die letzteren Eigenschaften haben besondere Aufmerksamkeit auf sich gezogen. Die Innenflächen von

Gebäuden, Flugzeugen, Autos und dergleichen werden häufig aus organischen Stoffen hergestellt. Wenn diese Wärme oder Feuer ausgesetzt sind, wird toxischer Rauch frei, der in vielen Fällen zur Erstickung oder bei den diesem Rauch ausgesetzten Personen zu schweren Lungenschäden führt. Die Industrie hat daher viel Zeit und Anstrengungen für den Versuch aufgewandt, Produkte zu entwickeln, die sämtliche erwähnten Eigenschaften aufweisen, jedoch bei Feuereinwirkung keinen toxischen Rauch entwickeln.

Bekannt ist eine Anzahl von Druckschriften, die sich mit den Möglichkeiten der Herstellung von feuerbeständigen Produkten beschäftigen. So z. B. beschreibt die US-PS 2 744 589 Wandplateneinheiten, die eine isolierte Platte enthalten, wobei der Kern doppelt isoliert ist. Als Isoliermaterialien werden Steinwolle und Gipsplatten angegeben. In ähnlicher Weise beschreibt auch die US-PS 3 466 222 ein Gemisch aus Stoffen, die als solche für die Verwendung als Feuerhemmittel nicht geeignet sind, jedoch in Kombination Schichtkörper zu bilden vermögen, die feuerbeständig sind.

Die US-PS 4 375 516 beschreibt formhaltige, wasserbeständige phosphatkeramische Stoffe und Verfahren zu ihrer Herstellung. Sowohl geschäumte als auch ungeschäumte Stoffe können nach den in dieser Patentschrift beschriebenen Verfahren hergestellt werden. Die danach hergestellten Produkte sind sehr geeignet für die Verwendung als Wandplatten, Deckenplatten und dergleichen. Ausserdem sind diese Produkte feuerbeständig, da sie ausschliesslich oder vorwiegend als anorganische Gemische hergestellt werden können.

Dennoch sind die gemäss der zitierten Patentschrift hergestellten Produkte nicht für alle Verwendungszwecke völlig zufriedenstellend, da sie ihrer Natur nach steif sind, d. h. dass die Platten unter Spannung eher dazu neigen zu brechen, als sich zu verbiegen.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe besteht somit in der Bereitstellung von anorganischen Platten, die ihrer Natur nach biegsam, jedoch auch fest und dauerhaft sind,

in der Bereitstellung von feuerbeständigen Platten, die bei Wärme- oder Feuereinwirkung quellen und nur wenig oder überhaupt keinen Rauch und keine Dämpfe erzeugen, und

in der Bereitstellung von anorganischen Schichtkörpern, die biegsam sind, selbst wenn sie unter Verwendung von Stoffen ausgeführt werden, die im Stand der Technik als zur Herstellung von steifen Produkten geeignet beschrieben werden.

Diese Aufgabe wird durch die gemäss Anspruch 1 erhaltenen Verbundschichtkörper gelöst. Die bevorzugten Produkte sind feuerbeständig, quellen bei Hitze- oder direkter Flammeneinwirkung und erzeugen nur wenig oder überhaupt keinen Rauch. Dennoch sind diese Produkte zäh, dauerhaft und geeignet für die Erzielung eines dekorativen und ansprechenden Aussehens.

Bevorzugte Ausführungsformen des erfindungsgemässen Verfahrens führen zu feuerbeständigen Verbundschichtkörpern, die eine Vielzahl von Schichten zumindest eines Typs von Schichtmaterial und eine Vielzahl von Schichten aus einem wasserbeständigen Phosphatbindemittel enthalten. Das Bindemittel enthält ein Gemisch, das ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure aufweist. Jede Schicht des Schichtmaterials an die angrenzenden Schichten des Schichtmaterials ist durch das Bindemittel gebunden. Der erfindungsgemäss erhaltene Verbundschichtkörper vermag bei Flammen- und/oder Wärmeeinwirkung zu quellen.

Das erfindungsgemässe Verfahren zur Bildung eines Verbundschichtkörpers umfasst die Stufen der Herstellung von zusammengesetzten Schichten aus zumindest einer Schicht eines Phosphatbindemittelgemisches, das ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure aufweist, wobei dieses Gemisch geeignet ist für die Erzielung eines wasserbeständigen Phosphatbindemittels, und zumindest einer Schicht zumindest eines Typs von Schichtmaterial, wobei der Verbundschichtkörper so angeordnet

ist, dass die angrenzenden Schichten des Schichtmaterials mit den dazwischenliegenden Schichten des Bindemittelgemisches in Kontakt stehen, und der Härtung des geschichteten Gemisches, gegebenenfalls unter Anwendung von Wärme und/oder Druck.

Die einzigartigen Eigenschaften der Produkte, die erfindungsgemäss hergestellt werden können, sind in erheblichem Masse der Verwendung eines Phosphatbindemittelgemisches zuzuschreiben, das für die Erzielung eines wasserbeständigen phosphatkeramischen Materials geeignet ist. Gemäss der gegenwärtigen Lehre des Standes der Technik sind diese Stoffe für die Herstellung von steifen geschäumten und ungeschäumten phosphatkeramischen Produkten geeignet. Überraschenderweise wurde jedoch gefunden, dass derartige Gemische, als relativ dünne verbindende Schicht angewandt, geeignet sind für die Herstellung von hochbiegsamen Schichtkörpern. Beispiele für Gemische, die geeignet sind für die Erzielung dieses Ergebnisses, werden z. B. in der US-PS 4 375 516 beschrieben. In dieser Patentschrift heisst es, dass Gemische, die Calciumsilikat, Phosphorsäure und ein Metalloxid, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Calciumoxid und Zinkoxid sowie Hydrate davon, enthalten, zur Herstellung von wasserbeständigen Phosphatstoffen umgesetzt werden können. Es wurde jetzt jedoch gefunden, dass auch andere Metalloxide wasserbeständige Phosphatstoffe erzielen lassen. Die Erfindung umfasst somit sämtliche Gemische, die ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure enthalten, mit der Massgabe, dass diese Gemische unter Erzielung eines wasserbeständigen Stoffes reagieren.

Diese Gemische werden vorzugsweise in relativ dünnen Schichten in einer Dicke in der Grössenordnung von ca. 0,025 bis 0,5 mm auf die Oberfläche eines Schichtmaterials aufgebracht, das ein verstärkendes oder ein nichtverstärkendes Material sein kann. Die Gemische können in normaler Konsistenz aufgebracht werden, können aber auch als mechanisch geschäumte Gemische aufgebracht werden. Sind sehr dünne Beschichtungen oder Schichtkörper von geringem Gewicht erwünscht, so wird die zuletzt genannte Technik bevorzugt, da der Schaum in einer Dicke von ca. 0,025 mm aufgebracht werden kann, wonach die Dicke auf ein geringeres Mass reduziert werden kann, sobald der Schaum zusammenfällt. Als weitere Alternative kann das Bindemittelgemisch diskontinuierlich auf Teile des Schichtkörpers aufgebracht werden. Der Ausdruck «Schicht» des Bindemittels umfasst somit Anwendungsformen, bei denen dieses gleichmässig und auch ungleichmässig aufgebracht wird.

Nach der Aufbringung des Bindemittelgemisches kann dann das beschichtete Material gehärtet werden oder es wird mit einer zweiten Schicht desselben oder eines anderen Schichtmaterials beschichtet und danach gehärtet. Die Härtung kann unter Umgebungsbedingungen durchgeführt werden. Sind jedoch dichtere Produkte erwünscht, kann die Härtung auch unter Druck erfolgen. Ausserdem kann zur Beschleunigung des Härtungsprozesses die Wärme auch während der Härtung zugeführt werden.

Für die erfindungsgemässen Schichtkörper kann eine Vielzahl von Stoffen verwendet werden. So z. B. können Packpapier, Handtuchpapier, Mull, gewebte und nicht gewebte Glasmatten, gewebte und nichtgewebte synthetische Stoffe wie Polyester, Nylon u. a., gehackte Fasern aus verschiedenen Stoffen, Mineralwolle, Drahtnetzgewebe und andere allgemein bekannte Stoffe, allein oder in Kombination als Schichtstoffe verwendet werden. Ausserdem können auch nichtverstärkende Stoffe, wie verkittende Stoffe und dergleichen verwendet werden, obwohl diese in den meisten Fällen zu steifen Produkten führen.

Besonders wirksame verstärkende Stoffe zur Verwendung im Gemisch mit Phosphatbindemitteln sind erfindungsgemäss solche, wie sie in der US-PS 4 239 519 beschrieben werden. Die zitierte Patentschrift beschreibt eine Klasse von Stoffen, die hier als «synthetische Glimmerstoffe» bezeichnet werden. Im wesentlichen handelt es sich um Nicht-Asbestpapiere oder -bahnen, die

aus Silicatgelen durch Kationenaustauschreaktionen erhalten werden. Stoffe dieses Typs sind für ihre relative Unbeeinflussbarkeit durch hohe Temperaturen bekannt, ausserdem weisen sie eine hohe Biegsamkeit auf.

Schichtkörper, die Schichten aus Phosphatbindemitteln und synthetischen Glimmerbahnen umfassen, haben bemerkenswerte Eigenschaften gezeigt. Werden z. B. derartige Verbundstoffe der direkten Flammeneinwirkung ausgesetzt, dann erweisen sich diese nicht nur als feuerbeständig und relativ rauchfrei, sondern zeigen auch Quellungseigenschaften. Die direkte Flammeneinwirkung auf eine Fläche des Schichtkörpers verursacht nämlich eine offensichtliche Schichtentrennung innerhalb des Körpers, was zur Bildung von luftegefüllten Räumen führt. Diese haben isolierenden Charakter, was starke Temperaturunterschiede zwischen den beiden Seiten eines auf diese Weise getesteten Körpers bewirkt. Obwohl z. B. eine Seite eines relativ dünnen Körpers mit einer Dicke in der Grössenordnung von 1,5 mm der direkten Flammeneinwirkung bei einer Temperatur von ca. 1120 °C während 1 Minute ausgesetzt wurde, kam es zu einer inneren Quellung, wobei die Temperatur auf der entgegengesetzten Seite des Körpers unter 316 °C lag.

Dieses Phänomen beschränkt sich nicht nur auf unter Verwendung von synthetischen Glimmerstoffen aufgebauten Schichtkörpern. So z. B. zeigen auch Packpapier enthaltende Schichtkörper Quellungseigenschaften. Auch diese Schichtkörper zeigen beim Test, wie oben beschrieben, starke Temperaturunterschiede. Der Grund für die Schichtentrennung ist noch nicht bis ins letzte geklärt, obwohl angenommen wird, dass dies mit dem im Körper enthaltenen Wasser zusammenhängt.

Neben den quellungsfähigen Schichtkörpern können auch durch Aufnahme eines Drahtsiebes als einer der Schichten wärmeleitende Schichtkörper hergestellt werden. Schichtkörper dieses Typs haben sich als durchaus wirksam bei der Wärmeableitung von der Einsatzstelle erwiesen. Auf diese Weise sind diese Stoffe geeignet für wärmeleitende Dichtungen und dergleichen.

Die Dicke der erfindungsgemäss hergestellten Schichtkörper kann stark variieren. Je nach Wunsch kann der Körper zwischen sehr dünn (z. B. 0,76 mm) und sehr dick (z. B. 12,7 mm oder darüber) variieren. Es sind Schichtkörper hergestellt worden, die lediglich aus einer einzigen Schicht eines verstärkenden Stoffes und einer Schicht Phosphatbindemittel bestehen oder aus 37 Verstärkungsschichten und 36 Schichten Phosphatbindemittel. Diese Illustration bedeutet jedoch keine Einschränkung der Zahl der Schichten, aus denen ein Schichtkörper aufgebaut werden kann. Ausserdem ist keine Notwendigkeit gegeben, die verstärkenden Stoffe, wie sie zur Herstellung des Schichtkörpers verwendet werden, auf einen einzigen Typ zu beschränken. Es können auch Gemische bzw. Kombinationen von verstärkenden Stoffen vorteilhaft sein.

Weitere Vorteile der Erfindung werden nachfolgend anhand von Beispielen deutlich, die lediglich illustrierenden und nicht einschränkenden Charakter haben.

Beispiele

Beispiel 1

Ein Phosphatbindemittel wurde aus folgenden Komponenten hergestellt:

Komponenten	Gewicht (g)
Al ₂ O ₃ ·3H ₂ O	15,0
MgO	8,0
Talk	16,0
75% H ₃ PO ₄ (53,0% P ₂ O ₅)	105,0
H ₃ BO ₃	4,0
CaSiO ₃	100,0
H ₂ O	18,0

Ein Phosphatbindemittel wurde hergestellt durch Bereitung einer Reaktionslösung, die Phosphorsäure, Aluminiumoxid und Wasser enthielt. Nach Erhalt einer klaren Lösung, und während diese noch warm war, wurde Borsäure zugesetzt, wonach das Gemisch gerührt wurde, bis es wieder klar war. Die Reaktionslösung wurde auf 4 °C abgekühlt, wonach ein Gemisch der trockenen Komponenten zugesetzt wurde.

Auf jede von 5 Doppelschichten aus Maschengewebe vom Typ Reichhold Modiglass 2,5X-SM mit einer Abmessung von 7,6 cm × 30,5 cm wurden rasch 0,075 mm dicke Schichten der angeführten Rezeptur aufgezogen. Die fünf Schichten wurden dann unverzüglich übereinander geschichtet und während 25 Sekunden unter einem Druck von 3,9 MPa in einer auf 121 °C erwärmten Presse miteinander verpresst. Die erhaltene Bahn war fest und wasserbeständig, ausserdem auch noch biegsam.

Der Bruchmodul des Schichtkörpers, im wesentlichen gemessen nach ASTM D-1037 betrug 14,8 MPa. Der Elastizitätsmodul wurde mit 9,6 MPa errechnet. Die Feuerbewertungsskala umfasste die Werte 0 für Schwelen und 2 für Entflammen, im wesentlichen gemessen nach ASTM E-662-79.

Beispiel 2

Das im Beispiel 1 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, nur dass die Presse auf einer Fläche mit einer Prägeplatte ausgestattet war. Die erhaltene Probe gab die sehr feinen Details der Prägeplatte wieder.

Beispiel 3

Auf jede von 10 getrennten Packpapierbahnen mit den Abmessungen 30,5 cm × 30,5 cm × 0,03 mm wurde eine 0,025 mm dicke Schicht Phosphatbindemittel der in Beispiel 1 angeführten Rezeptur aufgezogen. Unmittelbar danach wurden die 10 Bahnen aufeinander geschichtet und 1 Minute lang unter einem Druck von 3,9 MPa in einer auf 93 °C erwärmten Presse miteinander verpresst. Die erhaltene Probe war fest und biegsam, wenn auch nicht so biegsam wie der glasverstärkte Körper in Beispiel 1. Der Bruchmodul, gemessen wie in Beispiel 1, betrug 31,6 MPa.

Der Verbundkörper wurde in Stücke mit den Abmessungen 10,2 cm × 10,2 cm geschnitten, wonach zwei Stücke willkürlich für Testzwecke ausgewählt wurden. Jedes Stück wurde waagrecht auf einem Ringständer angeordnet, wonach an der Stelle der Unterseite, an der die Spitze der blauen Propanflamme vorgesehen war, ein erstes Thermoelement angebracht wurde. Ein zweites Thermoelement wurde auf der Oberseite des Schichtkörpers unmittelbar über dem ersten Thermoelement angeordnet. Bei der Einwirkung der Flamme wurden dann an beiden Thermoelementen die Temperaturen in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Die Dicke von Probe 3A stieg bei Erwärmung während 7 Minuten von 2,2 mm auf 5,1 mm. Nach diesem Zeitraum mass das Thermoelement auf der Flammenseite eine Temperatur von 1034 °C, während die Temperatur auf der Oberseite 328 °C betrug. Die Probe 3B wurde 6 Minuten lang erwärmt und zeigte einen Anstieg der Dicke von 2,2 mm auf 4,2 mm. Auf der Flammenseite wurde eine Temperatur von 1066 °C gemessen und auf der Oberseite eine Temperatur von 378 °C.

Beispiel 4

Wie in Beispiel 1 angegeben, wurde ein Phosphatbindemittel hergestellt, nur dass es 50 Gew.-% gefärbtes Kieselerdegranulat Nr. 17 der Firma Ottawa Silica Company enthielt. Die Bereitung des Phosphatbindemittels erfolgte durch Mischen des Granulats mit den Trockenkomponenten. Das gefüllte Bindemittel wurde dann in einer 0,075 mm dicken Schicht auf eine Bahn von Glaspapier der Firma Johns-Manville aufgezogen. Gleichzeitig wurden auch 0,08 mm dicke Schichten auf drei getrennte Dreifachbahnen von Modiglass-Maschengewebe, wie im Beispiel 1

beschrieben, aufgezogen. Die drei Modiglass-Schichten wurden aufeinander geschichtet, wonach über dieses Paket noch die Aussenschicht aus granulatgefülltem Bindemittel geschichtet wurde. Das so gebildete Paket wurde dann unter einem Druck von 3,9 MPa bei einer Temperatur von 104 °C während 2 Minuten verpresst, wodurch man eine biegsame Bahn mit guter Kratzfestigkeit erhielt.

Beispiel 5

Das Verfahren nach Beispiel 4 wurde wiederholt, nur dass die Presse auf einer Seite mit einer Prägeplatte ausgestattet war. Das erhaltene Produkt zeigte die feinen Details der Prägeplatte.

Beispiel 6

Ein Phosphatbindemittel wurde aus den folgenden Komponenten bereitet:

Komponenten	Gewicht (g)
20 Al ₂ O ₃ ·3H ₂ O	18,0
MgO	8,0
Talk	16,0
75% H ₃ PO ₄ (53,0% P ₂ O ₅)	108,0
H ₃ BO ₃	4,0
25 CaSiO ₃	100,0
H ₂ O	18,0

Die Reaktionslösung wurde durch Mischen von Phosphorsäure, Wasser und Aluminiumoxidtrihydrat und Rühren bis zur Erzielung einer klaren Lösung bereitet. Danach wurde der erhaltenen warmen Lösung Borsäure zugesetzt und gerührt. Nachdem die Reaktionslösung wieder klar geworden war, wurde sie auf ca. 2 bis 4 °C abgekühlt.

148 g der kalten Flüssigkeit wurden dann unter starkem Rühren mit 124 g der Trockenkomponenten versetzt, die vorgängig zur Erzielung eines gleichförmigen Materials gemischt worden waren. Das erhaltene Gemisch wurde dann bis zur Homogenität gerührt und dann zur Aufrechterhaltung der flüssigen Konsistenz, d. h. zur Verzögerung der Wechselwirkung zwischen den Komponenten in ein Eisbad gegeben. Die Topfzeit für dieses Material konnte je nach dem Vermögen der Kontrolle der exothermen Reaktionstemperatur im Eisbad zwischen ca. 30 Sekunden und ca. 7 Minuten schwanken.

Aus den nachfolgend genannten Komponenten wurde eine synthetische Glimmerplatte hergestellt:

Komponenten	Gewicht (g)
Magnesiumfluorhectorit	100,0
50 gebleichte Rotholzcellulose	10,0
Glasfasern 1/8" DE	5,0
Flockungsmittel Polymin P	0,075
Flockungsmittel Hydraid 777	0,037

Wasser

Die gebleichte Rotholzcellulose wurde mit Hilfe eines Holländers (Hydropulper) in Wasser dispergiert und in einer Stoffmühle vom Typ Jordan Refiner bis zu einem Mahlgrad von 500 (Canadian Freeness) raffiniert. Die raffinierte Pulpe wurde dann in einen grossen, oben offenen Tank transferiert und mit den Glasfasern aufgeschlämmt. Nach Beschickung des Tanks mit der erforderlichen Wassermenge zur Erzielung einer Konsistenz von 1,3% Feststoffgehalt wurde der ausgeflockte Niederschlag von Magnesiumfluorhectorit zugesetzt und das Gemisch bis zur Homogenität gerührt. Danach wurden Polymin P und Hydraid 777 zugesetzt. Unmittelbar danach liess man das Gemisch auf das Formungssieb einer Fourdrinier-Maschine fließen. Nach Entfer-

nung des Hauptanteils des Wassers wurde die Matte in einer Reihe von Vakuumpressen der Vakuumbehandlung unterzogen. Durch den Transport der synthetischen Glimmermatte über eine erwärmte Trommel wurde der Restwassergehalt entfernt.

Eine dünne Schicht des erwähnten Phosphatbindemittels (I) wurde in einer annähernden Dicke von 0,25 mm auf die Oberfläche einer synthetischen Glimmerplatte (S) aufgebracht. Unmittelbar danach wurde ein Stück Microlith-Glasplatte (G) vom Typ SH20/1 der Firma Glaswerk Schuller GmbH auf das Bindemittel gelegt und damit durchtränkt, wonach auf die Glasschicht eine zweite Bahn aus synthetischem Glimmer gelegt wurde. Das gesamte Paket wurde dann in eine Presse zwischen Glasoberflächen gelegt und unter einem Druck von 1,8 MPa 5 Minuten lang bei 77 °C verpresst. Nach dem Pressen wurde der verpresste Verbundkörper bei 77 °C einige Minuten lang zur Entfernung des Wassers konditioniert, wodurch man ein festes und biegsames Produkt erhielt.

Es ist festzustellen, dass aufgrund der Porosität der Glasplatte das Bindemittel nicht auf beiden Seiten aufgebracht werden musste. Das Bindemittel war in der Lage, unter Druck durch die Glasschicht hindurchzutreten, d. h. sie zu durchtränken, so dass die beiden angrenzenden Schichten des synthetischen Glimmers mit dem Glas über eine einzige Bindemittelschicht verbunden werden konnten. In diesem Beispiel und in den folgenden Beispielen ist die Durchtränkung mit (GI) oder (IG) angegeben. Bei diesem Beispiel handelte es sich somit um die Schichtstruktur S(IG)S.

Beispiel 7

Das Verfahren nach Beispiel 6 wurde wiederholt, nur bildeten die Glasplatten die Aussenschichten, und der Verbundkörper hatte die Struktur (GI)S(IG). Die Glasplatten wurden über das Phosphatbindemittel mit der einzigen Innenschicht aus der synthetischen Glimmerbahn verbunden, indem man den Verbundkörper in eine Presse legte, die mit muldenförmig gemusterten Prägeplatten ausgestattet war. Diese verliehen der Oberfläche des Schichtkörpers eine feine Textur in einer gewünschten Zeichnung.

Beispiel 8

Das Verfahren nach Beispiel 7 wurde wiederholt, nur dass man den Schichtkörper zwischen ein geschäumtes Silikonkautschukpolster und eine eine Zeichnung aufweisende Metallpatrize oder -matrize legte. Diese ergab Formprodukte mit tief eingepprägten Bildern.

Beispiel 9

Eine Serie von Formkörpern wurde im wesentlichen wie in Beispiel 6 beschrieben hergestellt, wobei jede Probe synthetischen Glimmer, Phosphatbindemittel und gegebenenfalls eine Glasplatte enthielt. Wie in Beispiel 6 angegeben, durchtränkte das Phosphatbindemittel die Glasplatte derart, dass dieses, wenn es im Inneren eines Schichtkörpers enthalten war, zur Verbindung der angrenzenden Schichten aus synthetischem Glimmer diente, selbst wenn es nur auf eine Oberfläche der Glasplatte oder nur auf eine einzige Oberfläche der angrenzenden Bahnen aus synthetischem Glimmer aufgebracht worden war.

Die Bruchmodulwerte wurden nach ASTM D-1037 ermittelt, wohingegen der Elastizitätsmodul mit den üblichen mathematischen Mitteln aus dem Bruchmodul errechnet wurde. Der Aufbau jedes Schichtkörpers ist von der Oberseite zur Unterseite hin angegeben. Wenn nicht anders angegeben, wurde das Bindemittel in 0,20 mm dicken Schichten aufgezogen, und es wurde die Glasplatte SH 20/1 verwendet.

Probe	Struktur	Bruchmodul (MPa)	Elastizitätsmodul (MPa)
5 9A	SISISIS	10,2	2,5
9B	S(IG)S(IG)S(IG)S	11,0	2,7
9C*	S(IG)S(IG)S(IG)S	11,8	3,3
9D	(GI)S(IG)S(IG)S(IG)S(IG)	24,2	8,9

10 * = wurde in einer 0,3 mm dicken Schicht aufgezogen.

Die Ergebnisse für diese Proben zeigen einen erheblichen Anstieg der Festigkeit, wenn der Schichtkörper mit der Glasplatte abgedeckt wird.

Probe	Struktur	Bruchmodul (MPa)	Elastizitätsmodul (MPa)
15 20 9E	(GI)SISISIS(IG)	22,6	9,1
9F**	(GI)SISISIS(IG)	27,4	8,8
9G	(GI)SISIS(IG)	22,8	9,5
25 9H	(GI)SIS(IG)	24,6	9,0

** = anstelle der Glasplatte SH 20/1 wurde die Glasplatte SH 50/1 verwendet.

30 Bei Vergleich mit den für Probe 9D erhaltenen Werten zeigen diese Ergebnisse, dass die Abdeckung mit den Maschengewebebahnen erheblich mehr zur Festigkeit des Schichtkörpers beiträgt als die inneren Glasplatten.

35 9I	SISIS	12,0	5,0
9J	S(IG)S(IG)S	16,3	6,0
9K	IS(IG)S(IG)SI	16,5	7,3

40 Diese Daten dienen zu Vergleichszwecken.

Beispiel 10

Dieses Beispiel illustriert die Ergebnisse, die erzielt werden, wenn verschiedene Proben mit einem Propanbrenner, wie in Beispiel 3 beschrieben, erwärmt werden. Die dabei erzielten Ergebnisse sind nachfolgend für Schichtkörper mit verschiedenen Komponenten und verschiedener Gefügeanordnung angegeben.

50 Die Erwärmung bewirkte merkliche Veränderungen in den Schichtkörpern, und diese Veränderungen waren umso stärker, je grösser die Zahl der Schichten war. Wurde z. B. eine einzige Bahn aus synthetischem Glimmer erwärmt, so kam es nur zu einer geringen Ausdehnung dieser Bahn. Wurden jedoch zwei 55 oder mehr Bahnen aus synthetischem Glimmer und Phosphatbindemittelschichten verwendet (mit oder ohne Glasverstärkung), war die Blasenbildung stärker ausgeprägt. Die Wirkung dickerer Proben lag, wie unten zu sehen ist, in den guten isolierenden Eigenschaften. Die Tabelle zeigt die Zunahme der 60 Dicke, die bei jeder Probe durch die Erwärmung verursacht wurde.

Die Proben waren aus Schichten aus der Glasplatte SH 20/1 und/oder synthetischem Glimmer verbunden, die miteinander durch Phosphatbindemittel, im wesentlichen wie im Beispiel 9 65 beschrieben, verbunden waren. Die erhaltenen Schichtkörper waren nicht geprägt. Sie wurden als Proben 10A bis 10H bezeichnet. In der Spalte «Struktur» ist die Schichtenfolge von oben nach unten angegeben.

Probe	Struktur	Änderung der Dicke (mm)		
		Anfangs- dicke	Enddicke	Zunahme
10A	S	0,7	0,9	0,2
10B	ISI	0,9	3,2	2,3
10C	(GI)S(IG)	0,9	3,3	2,4
10D	ISISI	1,4	3,8	2,4
10E	(GI)S(GI)S(IG)	1,6	4,4	2,8
10F	ISISISI	1,8	4,9	3,1
10G	(GI)S(GI)SIS(IG)	2,1	5,3	3,2
10H	(GI)S(GI)S(GI)S	2,1	6,3	4,2

Die Temperaturunterschiede wurden, wie folgt, bei den angegebenen Temperaturintervallen gemessen. Die Messungen erfolgten durch Subtraktion der Temperatur am Thermoelement der Oberseite (Ts) von der des Thermoelements der Flammenseite (Fs), was den Temperaturunterschied (D) ergibt.

Probe	Temperaturmess- stelle	Temperatur (in °C) wie angegeben				
		Zeitintervall (s)				
		15	30	60	120	180
10A	Fs	1184	1193	1202	–	–
	Ts	547	588	597	–	–
	D	611	588	588	–	–
10B	Fs	1201	1217	1227	–	–
	Ts	457	555	551	–	–
	D	727	643	657	–	–
10C	Fs	1246	1277	1268	1254	1262
	Ts	234	573	573	579	576
	D	993	679	677	658	669
10D	Fs	1016	1091	1102	1115	1126
	Ts	83	174	423	463	465
	D	916	900	661	633	643
10E	Fs	1036	1117	1117	1133	1137
	Ts	71	118	289	390	402
	D	948	985	810	725	718
10F	Fs	1127	1152	1183	1200	1190
	Ts	82	93	185	379	385
	D	1027	1042	981	803	787
10G	Fs	1194	1216	1213	1234	1239
	Ts	77	83	138	348	364
	D	1100	1114	1057	868	857
10H	Fs	1121	1108	1134	1176	1185
	Ts	70	80	104	306	328
	D	1033	1011	1011	851	818

Diese Ergebnisse zeigen, dass die Erwärmung die Quellung der Schichtkörper verursacht.

Beispiel 11

Das Verfahren gemäss Beispiel 6 wurde unter Verwendung von synthetischem Glimmer, Glasmaschengewebe Schuller 20/1, Glasmaschengewebe Burlington Nr. 1653 Lenoweave (16×8) (abgekürzt «B») und/oder eines Windschutzscheibenrasters aus galvanisiertem Eisendraht (W) mit 2,2 bzw. 2,6 Litzen pro cm² wiederholt. Es wurden folgende Proben hergestellt:

Probe	Struktur
11A	SIS
11B	ISI
11C	S(IG)S
11D	(GI)S(IG)
11E	S(IB)S
11F	S(IW)S

Die Produkte wurden auf Zugfestigkeit und auf Biegsamkeit geprüft. Die Zugfestigkeit wurde im wesentlichen nach ASTM F-152 unter Verwendung von Probengrössen Typ 1 mit Hilfe eines Zugfestigkeitsprüfgeräts vom Typ Instron bei einer Kreuzkopfgeschwindigkeit von 2,54 cm/min und einer Geschwindigkeit des Registrierstreifens von 2,54 cm/min ermittelt; die Proben waren jedoch nicht vorkonditioniert. Die Proben wurden in 1,25 cm lange hantelförmige Stücke geschnitten mit Ausnahme von Probe 11F, die zu einem 2,54 cm langen hantelförmigen Stück zugeschnitten wurde. Es wurden die nachfolgenden Ergebnisse erzielt:

Probe	Ergebnisse			
	Last (in N)	Bruch	Druck	(in MPa)
11A	112	(6,8)	7,2	(0,75)
11B	53	(10,9)	5,5	(1,98)
11C	136	(16,8)	9,0	(1,69)
11D	111	(8,2)	8,5	(1,26)
11E	205	(9,1)	13,2	(1,26)
11F	663	(49,9)	41,0	(1,20)

Die ermittelten Werte stellen einen Durchschnitt aus drei Messungen dar, wobei die in Klammern angegebenen Werte die Differenz zwischen den bei jedem Versuch festgestellten höchsten und niedrigsten Werten darstellt.

Die Biegsamkeit wurde im wesentlichen nach dem üblicherweise als «Dornbiegeversuch» bezeichneten Versuch nach ASTM F-147 ermittelt. Die Proben 11A bis 11D versagten beim Versuch unter Verwendung eines 2,54-cm-Dorns, die Probe 11F bestand den Versuch bei Verwendung eines 2,54-cm-Dorns, und die Probe 11E bestand den Versuch bei Verwendung eines 2,22-cm-Dorns. Keine der Proben war vorkonditioniert.

Beispiel 12

Dieses Beispiel illustriert die Ergebnisse bezüglich des Wärmeableitungsvermögens bei Aufnahme eines Metallgitters in einen Schichtkörper. Der Schichtkörper C mit der Struktur (GI)S(WI)S wurde auf übliche Weise hergestellt, nur dass in diesen Thermoelemente eingebaut wurden, wobei diese auf die obere Fläche der oberen Bahn aus synthetischem Glimmer gelegt wurden. Die Thermoelemente wurden dann durch Aufbringen der oberen Schicht (GI) eingehärtet. Die Thermoelemente wurden in genau definierten Abständen vom Punkt der Flammeneinwirkung entweder in Richtung des Drahtnetzes (WD) oder diagonal dazu angeordnet:

Thermoelement	Anbringung	Abstand (cm)
TC1	Flammeneinwirkungspunkt	–
TC2	diagonal	5,08
TC3	diagonal	10,16
TC4	diagonal	12,70
TC5	diagonal	15,24
TC6	WD	10,16

Der Schichtkörper C wurde unter Verwendung eines Drahtnetzes aus galvanisiertem Eisendraht, wie in Beispiel 11 beschrieben, hergestellt, während der Schichtkörper B ein vergleichbares

Kupferdrahtnetz enthielt. Der Schichtkörper A, der kein Drahtnetz enthielt, wurde für Kontrollzwecke hergestellt. Es wurden die nachfolgend angeführten Temperaturen gemessen.

Temperaturen

Zeit (min)	TC 1 A	B	C	TC 2 A	B	C
0	26,7	26,7	25,6	27,2	26,7	25,6
3	1088	1033	1043	74	88	99
10	1049	1018	1049	71	104	124
15	1016	1025	1021	93	114	127

	TC 3 A	B	C	TC 4 A	B	C
0	27,2	26,7	26,1	27,2	27,2	26,1
0	37,2	38	35,6	34,4	35,0	31,7
10	37,8	42	42	35,0	37,2	35,6
15	39,0	43	43	35,6	37,8	36,7

	TC 5 A	B	C	TC 6 A	B	C
0	27,2	27,2	26,1	27,2	26,7	25,6
3	32,2	33,3	30,0	46	69	62
10	32,8	34,4	32,8	46	72	76
15	33,3	35	33,9	49	78	77

Diese Ergebnisse zeigen, dass ein in den Schichtkörper eingebautes Netz die Wärme vom Einwirkungsort aus zerstreut und dass ein Kupferdrahtnetz die Wärme wirksamer zerstreut als ein Drahtnetz aus galvanisiertem Eisendraht. Ausserdem ist bei Vergleich der Ergebnisse von TC 5 und TC 6 festzustellen, dass die Wärme in Drahtnetzrichtung wirksamer abgeleitet wird als diagonal dazu.

Beispiel 13

Dieses Beispiel illustriert die Herstellung einer Probe, die nicht unter Wärme- und Druckeinwirkung gehärtet worden war. Eine 0,15 mm dicke Schicht des im Beispiel 12 beschriebenen Bindemittelgemisches (ca. 125 g) wurde auf ein Stück 2,5X-SM-Modiglass-Maschengewebe mit den Abmessungen 30,48×30,48 cm aufgebracht, wonach ein zweites Stück Maschengewebe auf die Beschichtung gelegt wurde. Der so erhaltene Schichtkörper wurde kurz verpresst, um das Bindemittelgemisch in die entsprechenden Gewebeschichten zu drücken, wonach der Schichtkörper

per unter Umgebungsbedingungen gehärtet wurde. Die Härtung wurde innerhalb von ca. 5 Minuten durchgeführt.

Beispiel 14

Dieses Beispiel illustriert die Beschichtung einer Maschengewebeschicht mit einer geschäumten Bindemittelmischung. Das Bindemittelgemisch wurde hergestellt, wie in Beispiel 1 beschrieben, und während ca. 25 Sekunden gemischt. Der Mischung (268 g) wurden 10,1 g (3,8%) Tensid Millifoam der Firma Onyx Chemical Co. zugesetzt.

Der Schaum wurde durch mechanisches Mischen mit Hilfe eines Luftrührwerks während 40 Sekunden hergestellt. Dann wurde auf beide Flächen eines Stückes 7,5X-SM-Modiglass-Maschengewebe mit den Abmessungen 30,48×30,48 cm eine 0,075 mm dicke Schicht (ca. 82 g) aufgebracht. Das beschichtete Maschengewebe wurde 25 Sekunden lang bei 82 °C zur Erzielung einer gehärteten Bahn verpresst.