

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

**PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE**

(10) FI 883798 A7

**(12) JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application **883798**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**C10M159/20
C10M159/24**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **15.12.1987**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.08.1988**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **16.08.1988**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - **15.12.1987 PCT/US1987/003406**
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

22.12.1986 US 945754

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •The Lubrizol Corporation, 29400 Lakeland Boulevard, Wickliffe, OH 44092-2298, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Fischer, Joseph Phillip, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 •Davis, Kirk Emerson, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

3 •Karn, Jack Lee, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

4 •Cahoon, John Melvin, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Boorattu yliemäksinen materiaali

Borat, överbasiskt material

Boorattu yliemäksinen materiaali

Keksinnön ala

Tämä keksintö kuvaa boorattuja yliemäksisiä materiaaleja, jotka ovat hyödyllisiä voiteluöljyinä.

Jo pitkään on haluttu sisällyttää booria sopivassa muodossa voiteluöljyyn, kuten moottorikulkuneuvojen voiteluöljyyn. Boraattisuolat ovat erittäin vesiliukoisia materiaaleja, jotka pyrkivät erottumaan joutuessaan alttiiksi vedelle joko varastoitaessa tai käytössä. On toivottavaa minimoida tällainen boorin häviö tai inaktivoituminen tuotteessa. Tyypillisesti boori lisätään osana orgaanista molekyyliä tai liitettynä orgaaniseen molekyyliin yrityksenä stabiloida boraatit vettä vastaan.

Booria käytetään voiteluaineessa aikaansaamaan sopivat hapettumisenesto-, ruosteensto- ja kitkaominaisuudet ja äärimmäisen paineen kestoisuus voiteluöljylle. Boori toimii tyypillisesti muodostaen sulun liikkuvien metalliosien välille kemiallisen vetovoiman avulla toisen tai molempien metallien pintaan. On toivottavaa, että booria dispergoidaan tuotteeseen mahdollisimman paljon, jotta taattaisiin, että kaikki metallipinnat, jotka joutuvat kosketukseen voiteluöljyn kanssa, tulevat asianmukaisesti suojatuksi. Tämä keksintö koskee menetelmää boorin saamiseksi orgaanisessa molekyylissä erittäin pieniin hiukkaskokoihin siten, että boori on joka hetki jakautunut oleellisesti kaikkialle voiteluöljyyn.

US-patentissa 3 929 650, myönnetty nimillä King et al., julkaistu 30. joulukuuta 1975, on tunnettua, että voidaan valmistaa alkalimetalliboraatteja saattamalla boorihappo kosketukseen alkalimetallikarbonaatilla yliemäksiseksi tehdyn metallisulfonaatin kanssa oleofiilissä nestemäisessä reaktioväliaineessa. US-patentista 3 907 691, myönnetty nimillä King et al., julkaistu 23. syyskuuta 1975, on myös tunnettua, että sekametalliboraatteja voidaan saada antamalla boorihapon reagoida

maa-alkalimetallikarbonaatilla yliemäksiseksi tehdyn metallisulfonaatin kanssa voiteluöljy- tai -rasvaväliaineessa välituotteen muodostamiseksi ja tämän jälkeen antamalla alkalimetalliemäksen reagoida välituotteen kanssa
 5 alkali- ja maa-alkalimetalliboraattidisersion muodostamiseksi.

Hellmuth kuvaa US-patentissa 3 679 584, julkaistu 25. heinäkuuta 1972, menetelmää maa-alkalimetallisuhteen nostamiseksi maa-alkalimetallikarbonaatilla yliemäksiseksi
 10 si tehtyä maa-alkalimetallisulfonaattia sisältävässä voiteluöljyseoksessa syöttämällä voiteluöljyväliaineeseen, joka sisältää maa-alkalimetallikarbonaatilla yliemäksiseksi tehdyn maa-alkalimetallisulfonaatin kolloidimaista dispersiota, maa-alkalimetallihydroksidia ja boorihappoa ja
 15 saattamalla sen jälkeen tuloksena oleva seos kosketukseen hiilidioksidin kanssa. US-patentissa 3 846 313, julkaistu 5. marraskuuta 1974 nimellä Sims, paljastetaan, että hiukkasmainen hydratoitu alkalimetalliboraatti voidaan yhdistää alifaattiseen hiilivetyalkoholiin ja dispergoida tämä
 20 seos öljyyn, jolla on voiteleva viskositeetti.

Adams kuvaa US-patentissa 4 100 080, julkaistu 11. heinäkuuta 1978, voitelurasvoja, jotka sisältävät orgaanisia rasvan paksuntimia ja hienojakoisten boraattien dispersioita äärimmäistä painetta kestävinä aineina.
 25 LeSuer kuvaa US-patentissa 3 829 381, julkaistu 13. elokuuta 1974, boorattuja yliemäksisiä kalsiumtuotteita.

Tämän vuoksi on toivottavaa saada hyvin hienon hiukkaskoon orgaaninen boorilähde, joka voidaan helposti dispergoida voiteluöljyyn tai -rasvaan. Tuote tulee myös
 30 seostaa sisältämään suhteellisen suuri prosenttimäärä hiilidioksidia orgaanisen boorilähteen dispergoituvuuden edistämiseksi tuotteeseen.

Prosessi tämän keksinnön tuotteen saamiseksi on suoritettava siten, että vältetään huomattava vaahtoaminen
 35 boorikomponenttia lisättäessä. Tuote tulee myös saada

vaivattomasti välttämällä lämpötilan vuorottaista nostamista ja laskemista reaktioprosessin aikana.

Edellä mainitut tavoitteet saavutetaan valmistamalla tässä kuvatun kaltainen tuote. Koko tässä patenttimäärityksessä ja -vaatimuksissa prosentit ja suhteet on laskettu painon mukaan, lämpötilat ovat celsiusasteina ja paineet ovat kPa-yksikköinä ellei toisin mainita. Sikäli kuin tässä mainitut kirjallisuusviitteet ovat sovellettavissa tähän keksintöön, ne liitetään viitteenä tähän esitykseen.

Keksinnön yhteenveto

Tämä keksintö kuvaa menetelmää runsaasti karbonaattia sisältävän booratun tuotteen saamiseksi, jossa menetelmässä:

- 15 (a) sekoitetaan keskenään yliemäksistä sulfonaattia ja mitä tahansa vaadittua inerttiä nestemäistä väliainetta,
- (b) boorataan seos (a) boorausaineella alemmassa lämpötilassa kuin missä oleellista vaahtoamista tapahtuu,
- 20 (c) nostetaan seoksen (b) lämpötila seoksessa (b) olevan veden kiehumispisteen yläpuolelle,
- (d) erotetaan oleellisesti kaikki vesi reaktioseoksesta (c) samalla, kun oleellisesti kaikki karbonaatti säilytetään seoksessa (c) ja
- 25 (e) otetaan tuote (d) talteen runsaasti karbonaattia sisältävänä boorattuna tuotteena.

Menetelmä runsaasti karbonaattia sisältävän yliemäksisen booratun tuotteen saamiseksi, joka sisältää vähintään noin 5 paino-% hiilidioksidia, jossa menetelmässä tuote saadaan:

- (a) sekoittamalla keskenään yliemäksistä komponenttia ja mitä tahansa vaadittua, inerttiä nestemäistä väliainetta,
- (b) antamalla komponentin (a) reagoida boorausaineen kanssa vähintään noin 3 paino-%:n booripitoisuuteen
- 35 tuotteen painosta,

(c) pienentämällä tuotteen (b) vesipitoisuus alle noin 3 paino-%:n ja

(d) ottamalla talteen runsaasti karbonaattia sisältävä yliemäksinen boorattu tuote.

- 5 Edellä esitettyjen menetelmien tuotteita samoin kuin yliemäksistä boorattua tuotetta, jonka keskihiukkashalkaisija on alle n. 9 mikronia, kuvataan myös.

Keksinnön yksityiskohtainen kuvaus

- A. Yliemäksinen materiaali. Tässä käytetyt yli-
 10 emäksiset komponentit ovat mitä tahansa niistä materiaaleista, joita käytetään tyypillisesti voiteluöljyihin ja -rasvoihin. Yliemäksisen komponentin anioni on tyypillisesti sulfonaatti, fenaatti, karboksylaatti, fosfaatti tai vastaava materiaali. Erityisen edullisia tässä yh-
 15 teydessä ovat anioniset osat, jotka ovat sulfonaatteja. Tyypillisesti hyödylliset sulfonaatit ovat mono- tai dihydrokarbyylisubstituoituja aromaattisia yhdisteitä. Tällaisia materiaaleja saadaan tyypillisesti pesuainevalmistuksen sivutuotteina. Tuotteet ovat sopivasti mono- di
 20 disulfonoituja ja aromaattisen yhdisteen hydrokarbyylisubstituoitu osa koostuu tyypillisesti alkyyliryhmistä, jotka sisältävät n. 10 - 30 ja edullisesti n. 14 - 28 hiiliatomia.

- Yliemäksisen materiaalin kationinen osa on tyypil-
 25 lisesti alkalimetalli tai maa-alkalimetalli. Yleisesti käytettyjä alkalimetalleja ovat litium, kalium ja natrium, joista natrium on edullinen. Tyypillisesti käytettyjä maa-alkalimetallikomponentteja ovat magnesium, kalsium ja barium, joista kalsium ja magnesium ovat edullisia materiaaleja.
 30

- Yliemäksisyys saadaan aikaan käyttämällä maa-alkalimetalli- tai alkalimetallihydroksidia. Yliemäksisyys aikaansaadaan käyttämällä tyypillisesti mitä tahansa happoa, jota voidaan puhaltaa yliemäksiseksi saatettavan
 35 komponentin läpi. Edullinen hapan materiaali tämän keksinnön komponenttien saattamiseksi yliemäksiseksi on

hiilidioksidi, koska se aikaansaa karbonaattilähteen tuotteeseen. Koska on huomautettu, että tässä keksinnössä käytetään tavanomukaisesti saatuja yliemäksisiä materiaaleja, tässä suhteessa ei mainita enempää.

5 Edullinen kationi yliemäksiseksi saattamiseen on natrium ja kaiken kaikkiaan edullinen tuote on boorattu natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehty natriumsulfonaatti. Toinen edullinen tuote tässä yhteydessä on boorattu natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehty kalsium-

10 sulfonaatti.

Yliemäksiseksi tekeminen suoritetaan yleensä siten, että metallisuhde on n. 1,05:1 - 50:1, edullisesti 2:1 - n. 30:1 ja edullisimmin n. 4:1 - 25:1. Metallisuhde on metalli-ionien suhde ekvivalenttisesti laskettuna yliemäksisen materiaalin anioniseen osaan.

15

B. Inertti nestemäinen väliaine. Kun inerttiä nestemäistä väliainetta käytetään booratun tuotteen saamiseen, se helpottaa aineosien sekoittamista. Ts. yliemäksiset materiaalit pyrkivät olemaan melko viskooseja, erityisesti kun käytetään maa-alkalimetallikomponentteja.

20 Näin ollen inertti nestemäinen väliaine toimii dispergoiden tuotteen ja helpottaen aineosien sekoittamista. Inertti nestemäinen väliaine on tyypillisesti materiaali, joka kiehuu paljon korkeammassa lämpötilassa kuin vesi ja

25 joka on hyödyllinen lopputuotteessa, jota tämä keksintö koskee.

Inertti nestemäinen väliaine on tyypillisesti jäsen ryhmästä, johon kuuluvat aromaattit, alifaattiset yhdisteet, alkanolit ja mineraaliöljy ja niiden seokset.

30 Käytettyjä aromaatteja ovat tyypillisesti bentseeni ja tolueeni, kun taas alifaattiset yhdisteet ovat materiaaleja, joissa on n. 6 - 600 hiiliatomia. Alkanolit voivat olla mono- tai dialkanoleja ja ne ovat edullisesti niitä materiaaleja, joilla on rajoitettu liukoisuus veteen.

35 Tyypillisesti alkanolit, jotka sisältävät 10 tai sitä vähemmän hiiliatomeja, ovat tässä hyödyllisiä. Kun mineraa-

liöljyä käytetään inerttinä nestemäisenä väliaineena, se on sellainen kuin ASTM-standardeissa on tyypillisesti määritetty.

Inertti nestemäinen väliaine voidaan jättää pois, kun esimerkiksi tuote suulakepuristetaan. Tällaisissa tapauksissa mekaaninen sekoitus korvaa liuottimen tarpeen.

C. Hiilidioksidikomponentti. Tuotteen (d) hiilidioksidipitoisuus on tyypillisesti suurempi kuin n. 5 paino-%. On toivottavaa, että tuotteen (d) hiilidioksidipitoisuus on välillä 5,5 - n. 12 paino-%. Tässä esitetyt painot on laskettu kokonaispainosta inertti väliaine mukaan luettuna. Tuotteiden hiilidioksidipitoisuus saadaan hapottamalla tuote kaiken tuotteessa olevan CO_2 :n vapauttamiseksi. Tämän keksinnön tarkoituksiin termit hiilidioksidi ja karbonaatti ovat identtisiä. Ts. karbonaatti on hiilidioksidin kemiallisesti sitoutunut muoto ja jälkimäinen on yhdiste, jota käytetään määrittämään tuotteessa olevan karbonaatin määrä. Näin ollen tässä ilmoituksissa suhteissa käytetään hiilidioksidin molekyylipainoa (44).

D. Boorausaine on sopivasti ortoboorihappo. Hyödyllisiä ovat tässä yhteydessä myös boorihalidit, kuten booritrifluoridi, boorihapon polymeerit, boorianhydridi, booriesterit ja vastaavat materiaalit. Tämän keksinnön tuotteiden boorisisältö on tyypillisesti yli 3 %, edullisesti yli 4 % ja edullisimmin yli 5 paino-% tuotteesta. On myös toivottavaa, että hiilidioksidin painoprosentti tuotteessa (d) on vähintään 50 tuotteessa (d) olevan boorin määrästä. Edullisesti hiilidioksidin prosenttimäärä on yli 75 ja edullisimmin yli 100 paino-% boorin määrästä.

E. Valmiin tuotteen vesipitoisuus on tyypillisesti alle 3 paino-%. Paljon suuremmilla kuin 2 paino-%:n pitoisuuksilla huomattavia määriä booria voidaan menettää booriyhdisteiden muodostumiseen, jotka ovat veteen liukenevia ja jotka erottuvat pois. Ellei erottumista tapahdu prosessoinnin aikana, booripitoisuus voi pienentyä

varastoinnin aikana, jos tuotteessa on ei-hyväksyttävän suuria määriä vettä. Edullisemmin tuotteen vesipitoisuus on alle 1 paino-% ja edullisimmin alle 0,75 paino-%.

F. Prosessointi. Tässä esitettyjä tuotteita saadaan sopivasti aina siihen saakka, kun boorin liittymistä tapahtuu. Ts. boorauskohta, jossa saadaan alkalimetallilla tai maa-alkalimetallilla yliemäksiseksi tehty sulfonaatti, on karbonointilaitoksen alapuolella. Haluttaessa karbonointi voi jatkua; se ei kuitenkaan ole välttämätöntä ja se haittaa booraukseen ja nostaa lisäksi tuotteen hintaa.

Keksinnön yhteenvedossa määriteltä seosta (a) käsitellään kohdassa (b) lämpötilassa, joka on alempi kuin missä huomattavaa vaahtoamista tapahtuu. Tämä lämpötila on tyypillisesti alle 110°C , edullisemmin alle 99°C ja kaikkein edullisimmin välillä n. $66 - 88^{\circ}\text{C}$. On myös toivottavaa, että lämpötilaa nostetaan boorauksen aikana, muttei niin nopeasti, että se aiheuttaa huomattavaa vaahtoamista. Vaahtoaminen ei vain aiheuta reaktioastian ylätilan menetystä ja siihen liittyvää reaktioaukkojen tukkeutumista, vaan tuotteen ei uskota myöskään olevan samaa, jos hiilidioksidia vapautuu nopeasti siitä. Ts. yliemäksisen materiaalin hiilidioksidiosan ja boorausaineen välillä tapahtuu vaihtoreaktio, jossa booripolymeerejä liittyy yliemäksiseen materiaaliin. Näin ollen boorauksen annetaan tapahtua ilman oleellista vaahtoamista, siihen saakka, kunnes yliemäksinen materiaali ei enää sido oleellisesti enempää booria.

Siinä vaiheessa, kun boori on oleellisesti kemiallisesti liittynyt yliemäksiseen materiaaliin. lämpötila nostetaan pisteeseen, joka on seoksessa (b) olevan veden kiehumispisteen yläpuolella. Nämä lämpötilat ovat tyypillisesti yli 100°C , koska vesi pyrkii erottumaan nopeasti reaktiomassasta tässä lämpötilassa. Sopivasti veden poistamiseen käytetty lämpötila on n. $120 - 180^{\circ}\text{C}$. Koska booraus on saatu oleellisesti päätökseen ja tuotteen hiili-

dioksidia vapautuu vaiheiden (c) ja (d) välillä. Lämpötilaolosuhteet eivät tyypillisesti laske oleellisesti vaiheiden (c) ja/tai (d), varsinkaan vaiheen (c) aikana.

Tuote otetaan tyypillisesti talteen runsaasti karbonaattia sisältävänä boorattuna tuotteena ~~antamalla~~ tuotteen jäähtyä, minkä jälkeen se sopivasti pakataan. Luonnollisesti tuote on hieman hygroskooppinen johtuen suuresta epäorgaanisten aineiden pitoisuudesta, joten suojaava pakkaaminen on suositeltavaa. Tuote (d) voidaan myös
 5 ottaa talteen siirtämällä se jatkoprosessointiin, kuten sekoittamalla se muihin materiaaleihin, kuten viskositeettiltaan voitelevaan öljyyn tai muihin voiteluaineelle tai rasvalle toivottuihin komponentteihin. Merkittävä etu tämän keksinnön toteutuksessa on, että booraus suoritetaan
 10 nostamatta ja laskematta vuorotellen lämpötilaa erityisesti boorausaineen vähittäisen lisäyksen aikana.

On toivottavaa, että tässä saatujen tuotteiden hiukkasten keskihalkaisija on alle 9 mikronia, edullisesti alle 8 mikronia ja kaikkein edullisimmin alle 5 mikronia. Hiukkaskokojakautuma on edullisesti sellainen, että
 20 oleellisesti kaikki hiukkaset ovat alle 9 mikronia, edullisemmin alle 8 mikronia ja edullisimmin alle 5 mikronia. Näin ollen tässä saadut tuotteet ovat oleellisesti erilaisia kuin alalla tunnetut tuotteet, koska tässä saatu hienojakoinen hiukkaskoko tekee mahdolliseksi tehokkaan dispergoinnin öljyyn tai rasvaan, mikä antaa tehokkaan suojan metallipinnoille, joiden kanssa tuote saatetaan kosketukseen. Yleisohjeet tässä mainitun hiukkaskoon määrittämiseksi on löydettävissä teoksesta Billmeyer, Textbook of
 25 Polymer Science, neljäs painos, maaliskuu 1966, Library of Congress Catalog Card No. 62-18350.

Seuraavassa esitetään tämän keksinnön eräitä esimerkkejä.

Esimerkki I

35 Natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi (20:1 ekvivalenttinen) tehty natriumsulfonaatti sekoitetaan laimen-

tavaan öljyyn sopivassa reaktioastiassa. Laimentava öljy on mineraaliöljy. Natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehdyn natriumsulfonaatin ja laimentavan öljyn seos lämmitetään 75° :seen. Boorihappoa lisätään sitten hitaasti muutamatta oleellisesti seoksen lämpötilaa.

Reaktioseos lämmitetään sitten hitaasti 100°C :seen n. yhden tunnin aikana samalla kun poistetaan oleellisesti kaikki tisle. Hiilidioksidin havaitaan poistuneen ilman oleellista vaahtoamista. Tuote lämmitetään sitten edelleen 150°C :seen n. kolmeksi tunniksi samalla kun poistetaan oleellisesti kaikki tisle. Havaitaan, että jälkimmäisessä lämpötilassa oleellisesti kaikki vesi poistuu ja hyvin vähän hiilidioksidia purkautuu tuotteesta. Tuotetta pidetään sitten vielä tunti 150°C :ssa, kunnes tuotteen vesipitoisuus on alle n. 0,3 %.

Tuote otetaan talteen antamalla sen jäähtyä $100 - 120^{\circ}\text{C}$:seen ja sen jälkeen suodattamalla. Talteen saatu erittäin kirkas suodos on tuote.

Esimerkki II

Panos, jossa on 800 osaa tolueenia ja 400 osaa boorihappoa, lisätään reaktioastiaan. Panos lämmitetään 85°C :seen ja 1 600 osaa magnesiumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehtyä magnesiumsulfonaattia (metallin ja sulfonaatin välinen ekvivalenttisuhte 15:1) lisätään. Lämpötilan havaitaan laskevan 70°C :seen johtuen kylmemmän komponentin lisäyksestä. Lämpötila nostetaan sitten 102°C :seen ja pidetään siinä kolme tuntia. Vesi poistetaan aseotrooppisesti tolueenin refluksointilämpötilassa. Tuote stripataan sitten 160°C :ssa tolueenin poistamiseksi. Tuotteen magnesiumpitoisuus on 7,35 % teoreettisesta 8,73 %:sta, booripitoisuus 3,94 % teoreettisesta 4,2 %:sta ja kokonaisemäsluku 369 teorian mukaisesti 376:sta.

Esimerkki III

Panos, jossa on 800 osaa tolueenia ja 400 osaa boorihappoa, lisätään reaktioastiaan. Sisältö lämmitetään 60°C :seen ja 1 600 osaa kalsiumkarbonaatilla yliemäksiseksi

tehtyä kalsiumsulfonyaattia (ekvivalenttisuhte 20:1) lisätään ja saatu seos lämmitetään 88°C:seen ja pidetään siinä kaksi tuntia. Tämän jälkeen lisätään valinnaista aineosaa, polyisobutyryylimerypikkahapon anhydridiä 100 osaa.

- 5 Tuote saadaan sitten kuten esimerkissä II. Kalsiumpitoisuus on 13 %, booripitoisuus 3,15 % ja kokonaisemäsluku 349. Teoreettiset luvut ovat 13,3 %, 3,83 % ja 343 samassa järjestyksessä.

- Oleellisesti samanlaiset tulokset saadaan, kun
10 käytetään natriumkarbonaatin ylemäksistä kalsiumsulfonyaattia.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä voiteluöljyn aineosana käyttökelpoisen, runsaasti karbonaattia sisältävän booraton tuotteen valmistamiseksi, jossa menetelmässä

(a) sekoitetaan keskenään yliemäksistä sulfonaattia ja mitä tahansa vaadittua inerttiä nestemäistä väliainetta,

(b) boorataan seos (a) boorausaineella,

(c) nostetaan seoksen (b) lämpötila yli seoksessa (b) olevan veden kiehumispisteen,

(d) erotetaan oleellisesti kaikki vesi reaktioseoksesta (c) samalla kun säilytetään oleellisesti kaikki karbonaatti seoksessa (c) ja

(e) otetaan tuote (d) talteen runsaasti karbonaattia sisältävänä boorattuna tuotteena, t u n n e t t u siitä, että boorausvaihe (b) suoritetaan lämpötilassa, joka on alempi kuin lämpötila, jossa oleellista vaahtoaamista tapahtuu, jolloin saadaan runsaasti karbonaattia sisältävä boorattu tuote, jonka karbonaattipitoisuus on yli n. 5 paino-%.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sulfonaatti on tehty yliemäksiseksi metallin ja sulfonaatin välisellä suhteella n. 1,05:1 - 50:1.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että yliemäksinen sulfonaatti on yliemäksinen natriumsulfonaatti.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että tuotteen (d) karbonaattipitoisuus on vähintään 50 paino-% tuotteessa (d) olevasta boorista.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että oleellisesti kaikki hiukaset ovat alle 9 μm .

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tuotteen (d) karbonaattipitoisuus on 5,5 - 12 paino-%.

5 7. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että natriumsulfonaatti on natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehty natriumsulfonaatti.

10 8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lämpötilaa ei oleellisesti alenneta vaiheiden (c) ja/tai (d) aikana.

15 9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että vaiheessa (b) käytetään boorausainetta määrä, joka on riittävä antamaan tuotteen booripitoisuudeksi vähintään n. 3 paino-%, ja vaiheessa (d) pienennetään seoksen vesipitoisuus alle n. 3 paino-%:n.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että vaiheen (d) tuotteen vesipitoisuus on alle n. 2,0 paino-%.

20 11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että inertti nestemäinen väliaine on valittu ryhmästä, johon kuuluvat aromaattit, alifaattiset yhdisteet, alkanolit ja mineraaliöljy sekä niiden seokset.

25 12. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että yliemäksinen tuote on natriumkarbonaatilla yliemäksiseksi tehty tuote.

13. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että karbonaattipitoisuus on n. 5,5 - 12 paino-%.

30 14. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tuotteen (b) vesipitoisuus pienennetään lämpötilassa n. 100 - 200 °C.

35 15. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lämpötilaa ei oleellisesti alenneta vaiheiden (c) ja/tai (d) aikana.

16. Tuote, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu patenttivaatimuksen 1 mukaisella menetelmällä.

17. Tuote, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu patenttivaatimuksen 9 mukaisella menetelmällä.

5 18. Patenttivaatimuksen 1 tai 9 mukaisella menetelmällä valmistettu tuote, t u n n e t t u siitä, että sen keskihiukkashalkaisija on alle n. 9 μm , edullisesti alle n. 5 μm .

10 19. Patenttivaatimuksen 18 mukainen tuote, t u n n e t t u siitä, että se on natriumkarbonaatilla ylimäksiseksi tehty kalsiumsulfonaatti.

Patentkrav:

1. Förfarande för framställning av en borerad produkt med hög karbonathalt, k ä n n e t e c k n a t
5 därav, att man
 - (a) blandar ett överbasiskt sulfonat och ett erfordrat, inert, flytande medium,
 - (b) borerar blandningen (a) med ett boreringsmedel vid en temperatur som underskrider den vid vilken väsentlig
10 skumning sker,
 - (c) höjer blandningens (b) temperatur till över kokpunkten hos vattnet i blandningen (b),
 - (d) separerar väsentligen allt vatten från reaktionsblandningen (c) medan väsentligen allt karbonat kvar-
15 hålls i blandningen (c), och
 - (e) tillvaratager produkten (d) som en borerad produkt med hög karbonathalt.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att sulfonatet gjorts överbasiskt
20 vid ett förhållande metall till sulfonat av ca 1,05:1 till ca 50:1.
3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att det överbasiska sulfonatet är ett överbasiskt natriumsulfonat.
- 25 4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att karbonathalten i produkten (d) överstiger ca 5 vikt-%.
- 5- Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att karbonathalten i produkten (d)
30 är åtminstone 50 vikt-% av boret i produkten (d).
6. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att väsentligen samtliga partiklar är mindre än 9,um.
7. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
35 t e c k n a t därav, att karbonathalten i produkten (d)

ligger mellan ca 5,5 och 12 vikt-%.

8. Förfarande enligt patentkravet 3, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att natriumsulfatet är ett nat-
riumsulfat som gjorts överbasiskt med natriumkarbonat.

5 9. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att temperaturen ej väsentligen
sänks under stegen (c) och/eller (d).

10. Förfarande för framställning av en överbasisk,
borerad produkt med hög karbonathalt, vilken innehåller
10 åtminstone ca 5 vikt-% koldioxid, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att produkten erhålls genom att man,
(a) blandar en överbasisk komponent och ett erfordrat,
inert, flytande medium,
(b) reagerar komponenten (a) i närvaro av ett borerande
15 medel till en borhalt av åtminstone ca 3 vikt-% av pro-
dukten,
(c) reducerar produktens (b) vattenhalt till under ca 3
vikt-%, och
(d) tillvaratager den överbasiska, borerade produkten
20 med hög karbonathalt.

11. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att produktens (b) vattenhalt un-
derstiger ca 2,0 vikt-%.

12. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
25 t e c k n a t därav, att det inerta, flytande mediet
väljs bland aromatiska, alifatiska föreningar, alkanoler
och mineraloljor och blandningar av dessa.

13. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att den överbasiska produkten är en
30 produkt som gjorts överbasisk med natriumkarbonat.

14. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att karbonathalten ligger mellan
ca 5,5 och ca 12 vikt-%.

15. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
35 t e c k n a t därav, att produktens (b) vattenhalt

reduceras vid en temperatur av ca 100-200°C.

16. Förfarande enligt patentkravet 10, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att temperaturen ej väsentligen
sänks under stegen (c) och/eller (d).

5 17. Produkt, k ä n n e t e c k n a d därav, att
den erhållits genom förfarandet enligt patentkravet 1.

18. Produkt, k ä n n e t e c k n a d därav, att
den erhållits genom förfarandet enligt patentkravet 10.

10 19. Överbasisk, borerad produkt, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att den har en medelpartikeldiameter som
understiger ca 9,um, företrädesvis under ca 5,um.

20. Produkt enligt patentkravet 19, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att den är ett kalciumsulfonat
som gjorts överbasiskt med natriumkarbonat.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggnings- och patentskrifter:

FI _____

CH _____

DE _____

DK _____

FR - A-2554825, CIOM 153/12

GB _____

NO _____

SE - C-375789, CIOM 3/02

SE-C-412762, CIOM 1/10

US - A-3929650, CIOM 1/40

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP -A-75411, C10M 1/14

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

30/6-97-

L.- Kalle

Allekirjoitus