

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

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

(10) **FI 834638 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **834638**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C04B 24/12
C04B 41/45

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **16.12.1983**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.12.1983**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **26.08.1984**

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

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

25.02.1983 GB 8305318

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Imperial Chemical Industries PLC, 20 Manchester Square, London W1U 3AN, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •McAloon, Kevin Thomas, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •Heeson, Iona Elizabeth, TOWN UNKNOWN, ISO-BRITANNIA, (GB)

3 •Cleaver, Gordon Edward, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Vermikuliittituotteiden valmistus.

Framställning av vermikulitprodukter.

Vermikuliittituotteiden valmistaminen

Tämä keksintö koskee menetelmää kiinteiden vermikuliittituotteiden valmistamiseksi, jotka tuotteet ovat stabiileita vedessä, ja vermikuliittiyhdistelmiä, jotka ovat sopivia kiinteiden, vedessä stabiilien tuotteiden valmistamiseksi.

Tiedetään, että kerrosmineraali vermikuliitin rakeita voidaan delaminoida kemiallisesti käsittelemällä suolojen vesiliuoksilla ja liottamalla sen jälkeen vedessä, ja leikkaamalla turvonneet rakeet vedessä mekaanisesti suspension muodostamiseksi, joka koostuu erittäin ohuistapienistä levyistä, ja jotka tunnetaan vermikuliittilamelleina. Vermikuliitin delaminointimenetelmiä kuvataan esimerkiksi UK-patenttijulkaisuissa n:ot 1,016,385, 1,119,305 ja 1,585,104.

Tiedetään myös, kuten kuvataan esimerkiksi ylläolevissa viitteissä, että vermikuliitin kemiallisella delaminoinnilla saatuja vermikuliittilamelleja voidaan käyttää kiinteiden tuotteiden, kuten levyjen tai papereiden muodostamiseen ja jäykkien vaahtojen muodostamiseen, joilla on huokoinen rakenne, muodostamalla suspensio ja poistamalla siitä vesi; jäykkien vaahtojen kyseessä ollessa suspensio kaasutetaan ennen veden poistamista.

Yllämainituilla menetelmillä valmistetuilla kiinteillä tuotteilla on rakenteellista eheyttä, joka johtuu vermikuliittilamellien välisestä vetovoimasta, mutta niillä on haittana stabiilisuuden puute vedessä ja itse asiassa ne hajoavat joutuessaan veden vaikutukseen pitkiksi ajoiksi. UK-patenttijulkaisussa n:o 1,016,385 on esitetty, että vermikuliitti-levytuotteet tehtäisiin stabiileiksi vedessä käsittelemällä levy muodostamisensa jälkeen elektrolyytin, esimerkiksi magnesiumkloridin, vesiliuoksella ja poistamalla sen jälkeen vesi käsitellyltä levyltä. UK-patenttijulkaisussa n:o 1,597,515 on esitetty myös, että vermikuliittituotteiden stabiilisuutta vedessä parannettaisiin käsittelemällä tuotteet muodostamisensa

jälkeen ammoniakilla tai amiinin höyryllä. Näillä vermikuliittituotteiden jälkikäsittelyillä saadaan aikaan parannus tuotteiden vedenkestävyydessä, mutta on selvästi toivottavaa välttää tuotteiden jälkikäsittelyn tarvetta ja
 5 tuottaa vettäkestäviä tuotteita suoraan.

Menetelmää vettäkestävien vermikuliittituotteiden valmistamiseksi suoraan lisäämällä tuotteiden muodostamiseksi käytettävään suspensioon kiinteä, rakeinen lisäaine, jolla on emäksinen reaktio vedessä, edullisesti kalsiumin
 10 tai magnesiumin oksidi tai hydroksidi, kuvataan US-patenttijulkaisussa n:o 4,269,628. Tällä menetelmällä saadulla tuotteella on erinomainen vedenkestävyys, ja lisäksi sen lujuus on suurempi verrattuna tuotteisiin, joihin ei kuulu lisäainetta. Menetelmässä on kuitenkin se haitta, että
 15 suspensio pyrkii flokkuloitumaan lisäainetta lisättäessä, ja lisäksi sillä on rajoitettu säilytysaika, kun siihen on lisätty lisäaine, niin että se pitää muotoilla nopeasti, edullisesti välittömästi, haluttuun tuotemuotoon.

Tämä keksintö sisältää menetelmän vettäkestävien vermikuliittituotteiden valmistamiseksi, jolla menetelmällä torjutaan tunnetun menetelmän haitat.

Tämän keksinnön mukaan esitetään menetelmä kiinteiden vermikuliittituotteiden valmistamiseksi, jotka tuotteet ovat stabiileja vedessä, ja tässä menetelmässä
 25 muodostetaan vermikuliittilamelleista vesisuspensio, ja vesi poistetaan tästä suspensiosta, ja ennen veden poistamista suspensiosta siihen lisätään ammoniakki- tai ammoniumionien ja emäksisen aineen lähdettä, ja poistettaessa vettä suspensiosta muodostettu suspensio lämmitetään yli 100 °C lämpötilaan siten, että ammoniumia tai
 30 emäksistä ainetta vapautuu suspensiossa.

Suuria määriä ureaa ammoniakkilähteenä (ammoniumioni-) tai emäksisenä aineena voidaan lisätä ilman, että suspensio flokkuloituu. Tästä huolimatta voidaan käyttää
 35 muita lähteitä niin haluttaessa, esimerkiksi sukkinamidia, heksametyleenitetramiinia (jota kutsutaan tavallisesti heksamiiniksi) ja etanoliamiinia. Lähde voi olla sel-

lainen, että se hydrolysoituu luovuttaessaan ammoniumione- ja suspensioon, esimerkiksi urea, tai se voi kestää hydrolysoitumatta ja hajota lämmitettäessä luovuttaen ammoniak-
kia suoraan, esimerkiksi sukkinamidi.

5 Termillä "vermikuliitti" tässä käytettynä tarkoi-
tetaan kaikkia kaupallisesti ja mineralogisesti vermiku-
liittina tunnettuja mineraaleja tai niitä, jotka sisältä-
vät vermikuliitti-tyyppisiä kerroksia, esimerkiksi klorii-
tit ja kloriittivermikuliitit.

10 Termillä "vermikuliittilamellit" tarkoitetaan pie-
niä partikkeleja kemiallisesti delaminoitua vermikuliit-
tia, jotka partikkelit ovat piniä levyjä, joiden paksuus
on alle mikrometrin kymmenesosa, tavallisesti alle mikro-
metrin sadasosa, ja sivusuhte (pituus tai leveys: paksuus)
15 vähintään 10, edullisesti vähintään 100 ja edullisemmin
vähintään 1000.

Koska urea on edullinen ammoniumionilähde (ja sen
jälkeen ammoniakkilähde) tai emäksinen aine, keksintöä ku-
vataan tämän jälkeen urean suhteen, mutta on ymmärrettävä,
20 että tätä ei ole tarkoitettu rajoittamaan keksintöä vain
urean käyttöä koskevaksi.

Urea voidaan lisätä suspensioon missä tahansa vai-
heessa suspension valmistuksen tai käytön aikana. Tavalli-
sesti urea lisätään esivalmistettuun suspensioon, koska
25 tämä on mukavin toimintatapa, mutta haluttaessa se voidaan
lisätä vedessä turvonneisiin vermikuliittirakeisiin, ennen
kuin ne delaminoidaan leikkaamalla siten, että urea lisä-
tään suspension valmistamisen aikana. Siinä tapauksessa,
että suspensio kaasutetaan märän vaahdon muodostamiseksi
30 ennen kuivan, jäykän vaahtotuotteen muodostamista, urea
voidaan lisätä ennen suspension kaasutusta, sen aikana tai
jälkeen. Koska urean lisääminen suspensioon ei sanottavas-
ti paranna suspension stabiilisuutta, varastointiaikaa
tai kaasutuskykyä, on urea kuitenkin mukavinta lisätä sus-
35 pensioon ennen sen kaasutusta.

Urea voidaan lisätä suoraan kiinteässä muodossa
suspensioon, tai se voidaan lisätä vesiliuoksena. Urea ja

ja sen liuokset ovat oleellisesti neutraaleja, ja me olemme havainneet, että suuria määriä sitä voidaan lisätä vermikuliittilamellien suspensioon aiheuttamatta välitöntä tai nopeaa suspension flokkulaatiota. Lisäksi suspensio, johon ureaa lisätään, on stabiilia ja sitä voidaan varastoida pitkiä aikoja, esimerkiksi useita kuukausia, ilman flokkulaatiota.

Vermikuliittilamellien suspensioita voidaan valmistaa dispergoimalla vermikuliittilamelleja veteen vapaasti virtaavan kuivan pulverin tai tablettien, joita saadaan puristamalla kuivaa tai kosteata pulveria, muodossa, käsittelyn tai kuljetuksen helpottamiseksi. Tässä tapauksessa suspensioon vaadittava urea voidaan sekoittaa vermikuliittipulverin kanssa, ja tämän keksinnön piirteenä on vapaasti virtaava kuiva pulveriyhdistelmä, joka käsittää vermikuliittilamellien ja ammoniakkin tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähteen seoksen. Tabletit, jotka muodostetaan puristamalla sekoitettuja pulvereita, kuuluvat myös keksintöön.

Vermikuliittilamellien vesisuspensio, jossa on ammoniakki- tai ammoniumionilähde tai emäksistä ainetta, on keksinnön toinen piirre. Suspensioon lisätyn urean määrä on tavallisesti välillä 1 % ... 30 %, edullisesti 2 %... 20 % painosta, ja tyypillisesti 4 %...10 % vermikuliitin painosta suspensiossa, vaikkakin haluttaessa voidaan käyttää määriä, jotka ovat tämän alueen ulkopuolella. Olemme yleisesti kuitenkin havainneet, että vaikka alle 2 paino-% määrät aiheuttavat vedenkestävyysvaikutuksen, tällaiset määrät pyrkivät aiheuttamaan tuotteeseen epätyytyttävän vedenkestävyyden useimmissa käytännön sovellutuksissa ja että on vain vähäistä vaikutusta, jos ureaa käytetään yli 20 % tai jopa yli 10 paino-% määriä suspensiossa olevan vermikuliitin painosta. Vermikuliitin määrä suspensiossa voi vaihdella laajalla alueella, mutta tyypillisesti se on välillä 0,5 %...50 %, tavallisesti 10 %...25 % suspension painosta. Suspensiot, joissa on suuri osuus vermikuliittilamelleja, ja joka on haluttaessa stabilisoitu li-

säämällä deflokkulointiainetta, voivat olla viskooseja nesteitä tai tahnamaisia seoksia, ja on ymmärrettävä, että tässä käytetty termi "suspensio" sisältää sellaiset viskoosit seokset. Viskositeettia modifioivaa ainetta, kuten

5 natriumpyrofosfaattia, voidaan lisätä suspensioon siten, että suspensio on liikkuvaa ja kaadettavaa jopa silloin, kun se sisältää suuren osuuden, esimerkiksi 35 paino-%, vermikuliittilamelleja.

On edullista, että ainakin suurin osa vermikuliittilamelleista suspensiossa on kooltaan alle 50 mikrometriä, edullisesti alle 20 mikrometriä, ja haluttaessa vermikuliittilamellien suspensio voidaan lajitella eliminomalla partikkelit, joiden koko on yli 50 mikrometriä (20 mikrometriä) ennen kuin suspensio muutetaan muotoilluksi

15 kiinteäksi tuotteeksi. Vermikuliittilamellien suspensioiden lajittelu on tunnettu ja sitä kuvataan esimerkiksi UK-patenttijulkaisussa n:o 1,593,382.

Veden poisto vermikuliittilamellien vesisuspensioista kiinteiden tuotteiden muodostamiseksi tapahtuu

20 pääasiassa haihdutuksella, jota autetaan lämmityksellä, esimerkiksi mikroaaltolämmityksellä. Tässä keksinnössä suspensiota lämmitetään lämpötilassa, joka riittää vapauttamaan ammoniakkikaasua tai haluttua emäksistä ainetta suspensiossa, kun se kuivuu, ja erityisesti suspensiosta

25 lämmitetään yli 100 °C lämpötilassa. Tavallisesti lämpötila on yli 120 °C, edullisesti yli 150 °C, koska alhaisemmissa lämpötiloissa aika, joka välttämättä kuluu tuotteen lämmittämiseen sen seikan varmistamiseksi, että sisäalueet tulevat vettäkestäviksi, voi olla liian pitkä, esimerkiksi

30 useita tunteja tai jopa päiviä riippuen tuotteen paksuudesta. Meistä on erityisesti edullista käyttää vähintään 200 °C lämpötiloja kuivuvan suspension/tuotteen lämpötilan nostamiseksi nopeasti ja sen varmistamiseksi, että suspension/tuotteen sisäosa saavuttaa lämpötilan, jossa ammoniakkikaasua tai emäksistä ainetta vapautuu. Haluttaessa sus-

35 pensio/tuote voidaan lämmittää ylipaineessa, mutta tämä ei yleensä ole tarpeellista.

- Hyvin erilaisia vermikuliittituotteiden muotoja voidaan muuttaa vedenkestäviksi keksinnön mukaisella käsittelyllä, mukaanlukien esimerkiksi levyt ja paperit, jäykät vaahdot, valuesineet ja päällysteet. Tuotemuodot, jotka käsittävät substraatteja, jotka on kyllästetty ja/ tai päällystetty vermikuliitilla lukeutuvat mukaan, ja erityinen tämän tyyppinen tuotemuoto on yhdistelmämateri- aali, joka käsittää kuituja ja vermikuliittilamelleja, ku- ten on kuvattu eruooppalaisissa patenttijulkaisuissa n:ot 44160A1, 44161A1 ja 44178A2. Kuidut voivat olla luonnon- kuituja tai synteettisiä kuituja, orgaanisia tai epäor- gaanisia, ja yhdistelmät voivat olla vermikuliitilla pääl- lystettyjä yksittäisiä kuituja tai kuitujen muodostamia kokonaisuuksia, kuten kudottua, neulottua tai vanutettua kangasta tai kudosta, joka on kyllästetty ja/tai päällys- tetty vermikuliitilla. Kevyt kolmedimensionaalinen tuote, jolla on vaahtomainen rakenne (vaikkakaan ei todellista vaahtoa), joka käsittää kuitukokonaisuuden, joka on pääl- lystetty vermikuliitilla, on toinen erityistoteutus yhdis- telmämateriaalista, johon voidaan käyttää keksinnön mukais- ta menetelmää. Vermikuliittia sisältävän tuotteen laminaa- tit kuten levyt, vaahtomainen tai kuituyhdistelmä substra- atin kuten polymeerin tai muovikalvon, metallin, puun ja betonin kanssa, kuuluvat myös keksintöön.
- 25 Kuvattujen tuotemuotojen arvoa nostaa se, että ver- mikuliittilamellien vesisuspensioiden muodostamiseen otamme mukaan sellaiset toiminnot kuin suspension levityksen pääl- lyksenä substraateille, substraattien kyllästämisen suspen- siolla ja suspension käytön liimana sekä ilmeisemmät muo- dostustoiminnot kuten valamisen ja muovauksen.

Suspensiot voivat haluttaessa sisältää muita lisä- aineita, esimerkiksi täyteaineita ja erityisesti kevyitä tai vahvistavia täyteaineita, kuten piidioksidia kuitumai- sen (esim. lasikuidut) lasin mikropalloja (esim. "Cenos- pheres" tai "Ecospheres") perliittiä, kaoliinia ja lento- tuhkaa.

Keksintöä kuvataan, mutta ei millään lailla rajoiteta, seuraavilla esimerkeillä, joissa käytetyt vermikuliittisuspensiot olivat vermikuliittilamellien vesisuspensioita, jotka oli lajiteltu eliminoimalla partikkelit, joiden
 5 koko oli yli 50 mikrometriä ja jotka oli valmistettu seuraavalla yleisellä menetelmällä:

Vermikuliittisuspensioiden valmistus

150 osaa vermikuliittimalmia (Mandoval mikroniluokka ex-South Africa) sekoitetaan kylläisen natriumkloridiliuoksen kanssa suhteessa 1:2, tankissa, 30 minuutin ajan
 10 80 °C lämpötilassa. Tämä suspensio sentrifugoidaan sitten ja pestään ionipoistetulla vedellä. Märkä massa kuljetetaan toiseen tankkiin, jossa vermikuliittia sekoitetaan 1,5N n-butyylimamiinihydrokloridin kanssa (neste:kiinteä -
 15 suhde 2:1) 30 minuuttia 80 °C lämpötilassa. Tämä suspensio sentrifugoidaan sitten ja pestään ionipoistetulla vedellä, ennen kuin märkä massa siirretään paisuntatankkiin, jossa vermikuliittia sekoitetaan ionipoistetussa vedessä. Turpoamisen jälkeen suspensiossa on noin 20 % kiinteitä aineita,
 20 ja partikkelikoko on satunnaista välillä 300...400 mikrometriä. Sitten tämä suspensio kuljetetaan kivenmurskaintyyppisen myllyn läpi, joka pienentää vähintään 50 % partikkeleista alle 50 mikrometrin kokoon. Tämä jauhettu suspensio luokitetaan sulku-tyyppisellä sentrifugiluokittimella,
 25 ja kevyet partikkelit, joiden seulakoko on alle 50 mikrometriä, otetaan talteen käyttöä varten. Tämän suspension, jossa on 18...21 % kiinteitä aineita, analyysi fotosedimentoimetrillä ja levysentrifugilla osoittaa, että
 30 noin 40 % partikkeleista on kooltaan ("ekvivalentti pallon säde") 0,4...1,0 mikrometriä. Suspension kiintoainepitoisuus säädetään helposti lisäämällä vettä siihen tai poistamalla vettä siitä.

Esimerkki 1

Natriumpyrofosfaattia ja Manoxol OT (pinta-aktiivinen aine - natriumsulfosukkinihapon dioktyyliesteri) sekoitettiin vermikuliittisuspensioon, jossa oli 18,8 paino-%
 35 kiinteitä aineita, jolloin siinä on 0,3 paino-% natriumpyro-

fosfaattia ja 0,3 paino-% Manoxol OT:ta suspensiossa olevan vermikuliitin painosta.

Ureaa liuotettiin osaan suspensiosta 8 paino-% suspensiossa olevan vermikuliitin määrästä.

5 Suspensio levitettiin lasikuitukudokselle veitsi-tela-tekniikalla käyttäen veitsi-kudos-väliä sellaisena, että vermikuliittikuonaa tuli kudokselle 100 g/m^2 ja päällysteen paksuudeksi tuli noin 0,1 mm. Märkä, päällystetty kudos kuivattiin kuljettamalla läpi ilmauunin, jota lämmitettiin 230°C :een kaasulämmittimillä, käyttäen 6 m uunia
10 ja kudoksen kulkunopeutta 2 m/min.

Kuivatusta päällystetystä kudoksesta leikattiin 10 cm kokoisia neliöitä ja punnittiin. Sitten kaksi punnittua neliötä upotettiin vesijohtoveteen yön yli, minkä jälkeen
15 nee huuhdottiin tuoreella vedellä, pyyhittiin paperipyyhkeillä, huuhdottiin uudelleen vedellä, kuivattiin ja punnittiin uudelleen.

Vertailutarkoituksia varten päällystettiin osalla suspensiota, jossa oli 0,3 paino-% natriumpyrofosfaattia ja 0,3 paino-% Manoxol OT:ta mutta ei ureaa, veitsi-tela-tekniikalla lasikuitukudoksenäyte. Kuivatusta kudoksesta leikattiin neliöitä ja käsiteltiin vedellä samoin kuin edellä.
20

Tulokset:

25

Näyte	Ureaa (%painosta)	Paino 1	Paino 2	% painohäviö
I	8	99,1	93,6	5,5
II	8	111,4	104,6	6
30 II	0	105,5	51,5	51
IV	0	105,5	51,3	51

Paino 1 on vermikuliitin paino grammoissa päällystetyssä kudoksessa ennen käsittelyä vedessä. Paino 2 on vermikuliitin paino kudoksessa grammoissa vesikäsitteilyn jälkeen.

35

Näytteiden visuaalinen tarkastelu vesikäsitteilyn jälkeen osoitti, että ne näytteiden päällykset, jotka oli valmistettu käyttäen ureaa suspensiossa, näyttivät täysin

muuttumattomilta käsittelyn jälkeen, kun taas päällykset, jotka oli valmistettu ilman ureaa, olivat täysin desintegroituneet; vermikuliitin painohäviö näissä näytteissä oli yli 50 %.

5 Esimerkki 2

Vermikuliittisuspensio, jossa oli 18,8 paino-% vermikuliittia ja 0,3 % Manoxol OT ja 0,3 % natriumpyrofosfaattia vermikuliitin painosta, valmistettiin, ja ureaa liuotettiin osiin suspensiosta määriä, jotka esitetään
10 allaolevassa taulukossa.

Erilaiset suspensiot levitettiin erikseen E-lasikuitukudosmatolla veitsi-tela-tekniikalla, jota on kuvattu esimerkissä 1, ja päällystetystä kudoksesta kuivattiin 10 cm neliöitä lämmittämällä uunissa taulukossa osoitetussa
15 lämpötilassa ja taulukossa esitetyn ajan.

Kuivat, päällystetyt kudokseneliöt punnittiin, upotettiin veteen yöksi, hangattiin pyyhkeellä, kuivattiin ja punnittiin uudelleen. Tuolokset on esitetty taulukossa. Käsittelyn jälkeen suoritettiin näytteiden visuaalinen
20 tarkastelu päällysteen arvioimiseksi; taulukossa "A" tarkoittaa, että päällyste oli kova ja vahingoittumaton, ja näytti täydelliseltä ja "B" tarkoittaa, että yli 90 % päällysteen alueesta näytti täydelliseltä, mutta joitakin pieniä alueita havaittiin, joilla päällyste oli hankautu-
25 nut pois.

TAULUKKO

Koe n:o	% ureaa	Kuivaus- lämpötila °C	Kuivaus- aika (min)	% paino- häviö	Luokitus
1	5	130	30	8	A
2	2,5	150	40	1,6	A
3	5	150	20	8	A
4	5	150	10	6,5	B
5	5	150	40	1,5	A
6	8	150	10	8	A
7	8	150	20	5	A
8	8	150	40	2	A
9	8	150	60	3	A
10	2,5	180	10	4,5	B
11	2,5	180	20	1,5	B
12	5	180	3	4	A
13	5	180	5	5	A
14	8	180	3	4	B/A
15	8	180	5	8	B
16	8	180	6	3	A
17	2,5	200	5	5	B
18	5	200	5	3	B
19	8	200	1	7	A
20	8	200	5	3	A
21	2,5	230	1	2,5	A
22	5	230	1	1,5	A
23	8	230	0,5	5	A
24	8	230	1	8	A

Vertailutarkoituksia varten päällystettiin 10 cm neliöitä samalla suspensiolla, paitsi että urea oli jätetty pois, ja niitä kuivattiin lämmittämällä taulukossa esitetyissä lämpötiloissa pisimmän ajan taulukossa esitetyissä kussakin lämpötilassa. Vedenkestävyyskokeessa kunkin näitten vertailunäytteen päällyste desintegroitui vedessä ja lähti täysin pois hangatessa; vermikuliitin painohäviö kussakin näytteessä oli yli 80 %.

Esimerkki 3

Valmistettiin vermikuliittisuspensio (18,8 % vermikuliittia), jossa oli Manoxol OT:ta (0,3 paino-%), natriumpyrofosfaattia (0,3 paino-%) ja sukkinamidia (10 paino-%), vermikuliitin painosta. Sukkinamidi oli veteen liukenematon ja dispergoitiin suspensioon sekoittamalla. Suspensio levitettiin lasikuitukudosmatolle käyttäen veitsitela-tekniikkaa, jolloin vermikuliittikuormaksi tuli noin 100 g/m^2 . Päällystetty kudokseksi lämmitettiin 20°C lämpötilassa 10 minuuttia, minkä jälkeen 10 cm neliö kuivattua kudosta upotettiin veteen yöksi. Sitten neliö pyyhittiin, huuhdottiin, kuivattiin ja punnittiin uudelleen. Vermikuliitin painohäviö oli alle 10 %, ja käsitellyn näytteen päällystys pysyi kovana ja vahingoittumattomana.

Esimerkki 4

Valmistettiin vermikuliittisuspensiot (18,8 % vermikuliittia), joissa oli 0,3 paino-% Manoxol OT, 0,3 paino-% natriumpyrofosfaattia ja vastaavasti 2,9 paino-% ja 5,8 paino-% heksamiinia (heksametyleenitetramiinia) vermikuliitin painosta. Suspensiot levitettiin E-lasikuitukudosmatolle veitsitela-tekniikalla, jolloin vermikuliittikuormaksi saatiin noin 100 g/m^2 . 10 cm neliöt leikattiin päällystetyistä kudoksista ja lämmitettiin alla esitetyssä lämpötilassa alla esitetyn ajan. Kuivat näytteet punnittiin, upotettiin veteen yöksi, pyyhittiin, huuhdottiin uudelleen, kuivattiin ja punnittiin uudelleen. Vermikuliitin painohäviö näytteillä määritettiin.

Koe n:o	Heksamiini %	Kuivaus- lämpötila (°C)	Kuivaus- aika (min)	Painohäviö (%)
1	2,9	150	5	2
2	5,8	125	10	8
3	5,8	150	5	5
4	2,9	175	2	3
5	5,8	175	2	1,5
6	2,9	200	1	0,5
7	5,8	200	1	2

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä kiinteiden vermikuliittituotteiden valmistamiseksi, jotka tuotteet ovat stabiileita vedessä, t u n n e t t u siitä, että muodostetaan vermikuliittilamelleista vesisuspensio, ja poistetaan vesi suspensiosta, kun ennen veden poistoa suspensiosta suspensioon lisätään ammoniakki- tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähde, ja veden poistamisen aikana suspensiosta muodostettu suspensio lämmitetään yli 100°C lämpötilaan siten, että ammoniakkia tai ammoniumioneja tai emäksistä ainetta vapautuu suspensiossa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniakki- tai ammoniumionien lähde lisätään suspensioon.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniakkin tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähde on urea.
4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniakkin tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähteen määrä on 2 - 20% suspensiossa olevan vermikuliitin painosta.
5. Patenttivaatimusten 1 - 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että suurin osa vermikuliittilamelleista suspensiossa on kooltaan alle 50 mikrometriä.
6. Vermikuliittilamellien suspensio nestemäisessä väliaineessa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää ammoniakkin tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähdettä, edullisesti vesisuspensionä.
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen suspensio, t u n n e t t u siitä, että ammoniakkin tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähde on urea.
8. Patenttivaatimuksen 6 tai 7 mukainen suspensio, t u n n e t t u siitä, että lähteen määrä on 2 - 20 paino-% vermikuliitin määrästä suspensiossa.

9. Patenttivaatimusten 6 - 8 mukainen suspensio, t u n n e t t u siitä, että suurin osa vermikuliittilamelleista on kooltaan alle 50 mikrometriä.

10. Kuivapulveriseos, t u n n e t t u siitä, 5 että se käsittää vermikuliittilamelleja ja ammoniakki- tai ammoniumionien tai emäksisen aineen lähteen.

2. Patentkrav:

1. Förfarande för framställning av fasta vermiculit-
produkter, vilka är stabila i vatten, k ä n n e t e c k n a t
5 därav, att det omfattar bildande av en vattensuspension av
vermiculitlameller och avlägsnande av vatten från suspensi-
onen, varvid före avlägsnandet av vatten från suspensionen
i densamma tillsätts en ammoniak- eller ammoniumjonkälla
eller en basisk substans, och att under avlägsnandet av vat-
10 ten suspensionen uppvärms till en temperatur över 100°C så,
att ammoniak eller ammoniumjoner eller den basiska substansen
frigörs inne i suspensionen.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att en källa som ger ammoniak eller ammoniumjoner
15 tillsätts i suspensionen.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n -
n e t e c k n a t därav, att källan som ger ammoniak eller
ammoniumjoner eller en basisk substans är karbamid.

4. Förfarande enligt patentkravet 1, 2, eller 3,
20 k ä n n e t e c k n a t därav, att mängden av källan som
ger ammoniak eller ammoniumjoner eller en basisk substans
utgör 2-20 vikt%, baserat på vikten av vermiculit i sus-
pensionen.

5. Förfarande enligt något av patentkraven 1-4, k ä n -
25 n e t e c k n a t därav, att större delen av vermiculitlamel-
lerna i suspensionen har en storlek under 50 mikron.

6. Suspension av vermiculitlameller, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att den föreligger i ett flytande me-
dium som innehåller en källa som ger ammoniak eller ammonium-
30 joner eller basisk substans, eller är en vattensuspension.

7. Suspension enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att källan som ger ammoniak eller ammoniumjoner
eller en basisk substans är karbamid.

8. Suspension enligt patentkravet 6 eller 7, k ä n n e -
35 t e c k n a t därav, att källan föreligger i en mängd av
2-20 vikt%, baserat på vikten av vermiculit i suspensionen.

9. Suspension enligt något av patentkraven 6-8,
k ä n n e t e c k n a d därav, att större delen av vermiculit-
lamellerna har en storlek under 50 mikron.

5 10..Torrpulverkompositionen k ä n n e t e c k n a d därav,
att den omfattar vermiculitlammeller och en källa som ger
ammoniak eller ammoniumjoner eller en basisk substans.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

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

FI

CH

DE

DK

FR

P 1513 166 (D211) ~~DE~~

GB

P 159 7515 (CO1B ^{33/26})

NO

SE

US

P 3753923 (CO4B ^{21/02})

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

EP p 9310 (COYO 3/26)

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Terttu Piipponen

Allekirjoitus