



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

176539

Bejelentés napja: 1977. IX. 20.

(IE—812)

Elsőbbsége: Nagy-Britannia:
1976. IX. 23. (39510/76)
1976. XII. 9. (51425/76)

Közzététel napja: 1980. IX. 27.

Megjelent: 1981. IX. 30.

Nemzetközi osztályozás:

C 01 B 33/26
C 04 B 43/06

Feltalálók:

Ballard Denis George Harold, vegyész, Runcorn,
Cheshire,
Cundy Colin Stewart, vegyész, Runcorn, Cheshire,
Morley David Christopher Walton, vegyész, Runcorn,
Cheshire,
Rideal Graham Robin, vegyész, Runcorn, Cheshire,
Nagy-Britannia

Szabadalmas:

Imperial Chemical Industries
Limited, London,
Nagy-Britannia

Eljárás vermikulit-lemezeket tartalmazó vizes szuszpenziók és vermikulit-alapú idomtestek előállítására

1

A találmány tárgya eljárás vermikulit-lemezeket tartalmazó vizes szuszpenziók, továbbá vermikulit-alapú szilárd idomtestek (pontosabban vermikulit-lemezekből álló lapok és ilyen lapokat tartalmazó habosított műanyag-testek) előállítására.

Ismeretes, hogy számos filloszilikát-típusú ásványi anyag különféle sók vizes oldataival duzzasztható. Ilyen anyag például az alább közlendő meghatározásnak megfelelő vermikulit. Egy ismert eljárás szerint (1 016 385 és 1 119 305 sz. nagy-britanniai szabadalmi leírás) a vermikulit-rétegeket szétválasztják, az egyedi részecskéket, illetve rétegek méreteit a kolloid mérettartományig csökkentik, és az így kapott anyagból duzzasztás után rugalmas lapokat képeznek. A „vermikulit” megjelölésen az idézett közleményekben az ásványtanilag, illetve kereskedelmileg vermikulitnak nevezett ásványféleségen kívül olyan egyéb filloszilikátokat is értenek, amelyek a vermikulit-hoz hasonló rétegeket tartalmaznak, és a vermikulittal azonosan vagy ahhoz hasonlóan duzzaszthatók (ilyen anyagok például a hidrobiotitok és a klorit-vermikulitok). A leírásban és az igénypont-sorozatban a „vermikulit” megjelölést ugyanilyen értelemben használjuk.

Abban az esetben, ha rétegekre bontott vermikulitból kívánnak megfelelően rugalmas és szívós idomtesteket előállítani, nehézséget jelent, hogy a kiindulási anyagok sok esetben jelentős mennyiségben tartalmaznak olyan darabos anyagot, amely nem válik szét megfelelően rétegekre, következésképpen rontja a vermikulit-lemezekből kialakított idomtestek szilárdságát vagy rugalmasságát.

2

Azt tapasztaltuk, hogy ha a vermikulit gondosan szabályozott körülmények között végrehajtott duzzasztása és örlése után a kapott rendszerből eltávolítjuk a késztermék fizikai tulajdonságait rontó, nagyobb méretű részecskéket, olyan nyersanyagot (pontosabban: vizes szuszpenziót) kapunk, amelyből kiváló minőségű idomtestek alakíthatók ki.

A találmány tárgya tehát eljárás vermikulit-lemezeket tartalmazó vizes szuszpenziók, továbbá vermikulit-alapú szilárd idomtestek előállítására. A találmány értelmében úgy járunk el, hogy

(1) ásványi vermikulitot nátrium-, lítium- és/vagy 1—6 szénatomos alkil-csoportokat hordozó ammóniumkationt tartalmazó egy vagy több só vizes oldatával kezelve, majd vízzel mosva eredeti térfogatának legalább kétszeresére duzzasztunk,

(2) a duzzasztott vermikulitot tartalmazó vizes szuszpenziót nyíróerő hatásának tesszük ki mindaddig, amíg az alapsuszpenzióból egy 50 μ -nál kisebb méretű vermikulit-részecskéket tartalmazó, legalább 100 cP fokkulált viszkozitású vizes szuszpenzió különíthető el,

(3) a kapott teljes szuszpenzióból eltávolítjuk az 50 μ -nál nagyobb átmérőjű részecskéket, majd szilárd idomtestek előállítása esetén,

(4) az így kapott vizes szuszpenzióból a szuszpendált vermikulit-részecskéket szilárd formázó felületre választjuk le, a rendszerből eltávolítjuk a vizet, és

(5) kívánt esetben a kapott vermikulit-réteget habosított műanyagra visszük fel vagy habosított műanyagba ágyazzuk be.

A találmány szerinti eljárás első lépésében az ásványi vermikulitot előnyösen eredeti térfogatának legalább négyszeresére duzzasztjuk. Sok esetben akkor érjük el a legjobb eredményeket, ha 6 : 1-nél nagyobb duzzasztási arányt biztosítunk. A litium-, nátrium- vagy alkilammónium-kationt tartalmazó sók anionjai előnyösen közömbös (azaz a duzzasztási lépésben nem bomló), a megfelelő kationnal stabil sőt képező anionok, például halogenid-ionok lehetnek. Különösen előnyöseknek bizonyultak a klorid-iont tartalmazó sók.

A duzzasztást úgy hajthatjuk végre, hogy az ásványi anyagot a megfelelő só(k) vizes oldatában áztatjuk. A duzzasztás hőmérsékletét a célnak megfelelően választjuk meg. Figyelembe véve, hogy a duzzadás szoba-hőmérsékletet meghaladó hőmérsékleteken rendszerint gyorsabban megy végbe, előnyösen úgy járunk el, hogy az ásványi anyagot tartalmazó vizes oldatot visszafolyatás közben forraljuk.

A maximális mértékű duzzadást csak úgy érhetjük el, ha az ásványi anyagot tiszta vízzel mossuk, és adott esetben a vizes sóoldattal végzett kezelés után vízben áztatjuk. Sok esetben előnyösen járunk el akkor, ha az ásványi anyagot egymás után két különböző só vizes oldatával kezeljük, és az egyes kezelési műveletek között az ásványi anyagot vízzel mossuk vagy vízben áztatjuk.

A találmány szerinti eljárás második lépésében a szuszpendált, duzzasztott vermikulit-részecskéket rétegekre bontjuk. Ez a művelet igen könnyen hajtható végre, feltéve, hogy a szuszpenzióra nyíróerőt gyakorolunk. A nyíróerőt nyíróelemet, például körülhatárolt térfogatban ható forgó lapátokat vagy lemezeket tartalmazó örlőberendezés, keverőberendezés vagy aprítóberendezés alkalmazásával fejthetjük ki. Többgörgős örlőberendezésekben nyíróelemként ellenirányban forgó görgőket is alkalmazhatunk. A megfelelő nyíróerőt úgy is biztosíthatjuk, hogy a szuszpenziót vibrációs kezelésnek, például ultrahang-kezelésnek vetjük alá.

Ebben a lépésben olyan vizes szuszpenziót kell kialakítanunk, amely a vermikulitot apró lapocskák vagy lemezek formájában tartalmazza, azaz a részecskék egyik mérete sokkal kisebb a másik két méretnél. Ennek megfelelően előnyösen úgy járunk el, hogy a szuszpenzióra nem gyakorolunk túl erős örlő vagy ütő hatást, mert ez elősegítené a részecskék három méretének kiegyenlítését. A szuszpenziót előnyösen nagy sebességű forgó keverőberendezésben, így forgólapátos laboratóriumi keverőberendezésben (például „Greaves HS” Mark III típusú keverőberendezésben) vagy háztartási vagy élelmiszeripari turmixgépben örljük vagy aprítjuk. A nagy intenzitású örlőberendezések egyes típusait, például a kolloid malmokat vagy a „Polytron” típusú keverőberendezéseket csak kellő elővigyázattal alkalmazhatjuk, e berendezések ugyanis a rétegekre már szétvált anyag apró lemezeit gyorsan szétörlik. Ilyen típusú berendezések alkalmazásakor tehát a berendezést csak a megadott flokkulált viszkozitás-érték eléréséhez szükséges legrövidebb ideig üzemeltetjük.

A „flokkulált viszkozitás” megjelölésen a leírásban és az igénypontosorozatban a híg sósavoldattal flokkulált, 3,5 súly% vermikulitot tartalmazó szuszpenziók 58 sec^{-1} nyírásiintenzitás mellett fellépő maximális viszkozitását értjük. Miként korábban közöltük, a szuszpenzió flokkulált viszkozitása nem lehet 100 cP-nál kisebb érték. A második lépésben előnyösen olyan szusz-

penziót alakítunk ki, amelynek flokkulált viszkozitása legalább 400 cP.

A viszkozitás ellenőrzése és vizsgálata lehetőséget nyújt a rétegekre bontás menetének követésére. A flokkulált viszkozitás meghatározásakor általában úgy járunk el, hogy a szuszpenzió alikvot részéből szűrővel eltávolítjuk az 50 μm -nél nagyobb méretű részecskéket, a szűrletet híg sósavoldattal flokkuláljuk, majd a szuszpenziót viszkoziméterbe, például „Haake Rotovisko RV3” típusú viszkoziméterbe töltjük, és a megadott nyírásiintenzitás mellett mérjük a viszkozitást. Minthogy a flokkulált viszkozitás a fenti meghatározás értelmében egy maximum-érték, úgy járunk el, hogy a szuszpenzióból több alikvot részt különítünk el, minden egyes alikvot részhez különböző mennyiségű híg sósavoldatot adunk, a kapott minták viszkozitását mérjük, és a kapott eredményekből meghatározzuk az elérhető maximális viszkozitást. Így például egy adott szuszpenzió 50 ml-es alikvot részeivel végzett mérésorozatban grafikus összefüggés alapján határoztuk meg, hogy a maximális viszkozitás eléréséhez 20–30 ml 0,1 n sósavoldatra vagy 1–5 ml 1 n sósavoldatra van szükség.

A találmány szerinti eljárás harmadik lépésében az 50 μm -nél nagyobb méretű részecskéket eltávolítjuk a szuszpenzióból. Az így eltávolított részecskéket adott esetben visszavezetjük a találmány szerinti eljárás első (duzzasztó) vagy második (aprító) lépésébe. Előnyösen járunk el akkor, ha az összes 20 μm -nél nagyobb méretű részecskét eltávolítjuk a szuszpenzióból. Ezt a műveletet például egy második, az előzővel célszerűen azonos vagy ahhoz hasonló fajtázási lépésben hajthatjuk végre.

A találmány szerinti eljárás harmadik lépésében az 50 μm -nél nagyobb méretű részecskéket minden esetben el kell távolítanunk a szuszpenzióból. Abban az esetben azonban, ha az összes 20 μm -nél nagyobb méretű részecskét el kívánjuk távolítani, nem célszerű mindkét méretcsoport eltávolítását egy műveletben végezni. Tapasztalataink szerint a nem-kívánt méretű részecskéket hatásosabban távolíthatjuk el akkor, ha egy fajtázási művelet helyett két műveleti lépést alkalmazunk. Ha a végső idomtestek fizikai sajátosságait tovább kívánjuk javítani, célszerűen az összes 5 μm -nél nagyobb átmérőjű részecskét eltávolítjuk a szuszpenzióból. Előnyösnek bizonyult az is, ha olyan végső szuszpenziót állítunk elő, ahol a részecskék méreteloszlása viszonylag szűk határokon belül változik; például egy centrifugálási műveletben kapott középső frakció méreteloszlási görbéjének felszélessége 100-nál kisebb.

A találmány szerinti eljárás harmadik lépését, azaz a fajtázást rendszerint a követelményeknek megfelelő örléssel kialakított, deflokkulált szuszpenziókon hajtjuk végre. Az örlés megfelelő voltát a fent ismertetett viszkozitásméréssel ellenőrizzük; a viszkozitásmérést flokkulált szuszpenziókon végezzük. Az 50 μm -nél (vagy 20 μm -nél) nagyobb méretű részecskéket bármilyen ismert elválasztási művelettel, például üleptéssel, szűréssel, szitálással, centrifugálással vagy ciklonos elválasztással eltávolíthatjuk a szuszpenzióból. A legelőnyösebb módszernek a szűrés és az üleptetés bizonyult.

(a) Üleptetés

A flokkulált vagy flokkulálatlan szuszpenziót alapos keveréssel homogenizáljuk, majd beavatkozás nélkül állni hagyjuk. Megfelelő idő elteltével a felső szuszpenziófázist leöntjük a tartály aljára kiülepedett anyagról. Kívánt esetben a dekantálással elkülönített szuszpen-

ziót ugyanilyen módon még egyszer vagy többször üle-píthetjük.

Ezzel a módszerrel a durva (kiüledő) részecskéket elkülöníthetjük a finomabb (szuszpendálva maradó) részecskéktől. A szükséges műveleti paramétereket sok esetben empirikus úton is meghatározhatjuk, esetenként azonban előnyös lehet a Stokes-törvényen alapuló számítások alkalmazása. Ekkor a részecskéket például ekvivalens gömbátmérőiknek megfelelően vesszük figyelembe. Egy adott szuszpenzió esetén a következő alapvető változókat kell figyelembe vennünk:

(i) ülepítés ideje, és

(ii) az adott részecskék esési magassága.

Flokkulált szuszpenziók esetén mindkét változó módosul; a vermikulit-részecskék aggregációja ugyanis a tényleges részecskeméretet és a szuszpenzió viszkozitását egyaránt befolyásolja.

A találmány szerinti eljárás megvalósítása szempontjából a legjobb eredményeket teljes mértékben deflokkulált szuszpenziókkal érhetjük el, ekkor ugyanis a legkisebb (kolloid) méretű részecskék kivételével valamennyi egyéb részecske adott esetben kiülepíthető. Abban az esetben tehát, ha kis részecskeméret biztosítására van szükség, a szuszpenziót hosszú ideig (például több órán vagy több napon át) állni hagyjuk, úgy, hogy a rendszer megközelítse az egyensúlyi állapotot. A végzett elektronmikroszkópiai vizsgálatok tanúsága szerint az így kapott szuszpenzió már csak 20 μm -nél lényegesen kisebb méretű részecskéket tartalmaz.

(b) Szűrés

A fent ismertetett ülepítési eljárással a részecskéket széles részecskeméret-tartományban feldúsíthatjuk. Ez az eljárás azonban nem előnyös akkor, ha pontosan meghatározott, éles mérethatárral rendelkező frakciókra van szükségünk. Ilyen frakciókat pontosan ismert pórusméretű szűrők alkalmazásával alakíthatunk ki, ugyanis a pórusokon nem haladhatnak át olyan részecskék, amelyeknek bármelyik mérete nagyobb a pórusméretnél. Sok esetben meghatározott célok elérése érdekében a szűrést előnyösen kombinálhatjuk a fenti ülepítési műveletekkel.

Deflokkulált vermikulit-szuszenziók szűrése egyes esetekben nehézségekbe ütközik, a vermikulit-lemezek ugyanis eltömíthetik a szűrő pórusait. A szűrés megkönnyítésére és a szűrő pórusainak tisztítására különféle segédmodszereket (például mechanikus vagy vibrációs kezelést) alkalmazhatunk. Mechanikus kezelés esetén a szűrők pórusait dörzsöléssel vagy kefével tisztíthatjuk; segédeszközként rendszerint forgó kefét használunk. Vibrációs kezelés esetén eljárhatunk úgy, hogy a teljes szűrőberendezést mechanikus úton rezgésben tartjuk, vagy csak a szűrőváznak tartják rezgésben például ultrahang alkalmazásával.

A találmány szerinti eljárás második lépésében általában 1—50%, célszerűen 5—25% vermikulitot tartalmazó szuszpenziót használunk fel. A harmadik lépésben felhasznált szuszpenzió vermikulit-tartalma rendszerint 1—25%, előnyösen 5—10% lehet. A százalékos értékek a szuszpenzió térfogategységére eső vermikulit súlyának százalékos értékét jelentik.

A találmány szerinti eljárás negyedik lépését 5—10% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókkal is végrehajthatjuk, e lépés végrehajtása előtt azonban a szuszpenziót célszerűen besűrítjük. Lapok készítéséhez célszerűen a fentnél nagyobb koncentrációjú (például 5%-tól

60—70%-ig terjedő, előnyösen 10—40%-os) szuszpenziókat használunk fel; töményebb szuszpenziók alkalmazásakor ugyanis a víz gyorsabban (következésképpen kevesebb energia felhasználásával) távolítható el egy adott méretű idomtestből.

Ebben a lépésben olyan szuszpenziókat használunk fel, amelyek 50 μm -nél nagyobb méretű részecskéket már nem tartalmaznak. Ez az adat az egyes részecskék nagy méreteire (azaz a hossz- és keresztméretre) vonatkozik. Figyelembe véve, hogy a szuszpenzió a szilárd részecskéket apró lapok vagy lemezek formájában tartalmazza, a részecskék egyik jellemző mérete (a vastagság) a másik két méretnél lényegesen kisebb, tipikusan a legnagyobb méret néhány ezredrésze, sőt néhány tizezredrésze lehet.

A találmány szerint előállított vermikulit-szuszenziókból különféle idomtesteket, így lapokat, lemezeket, papírokat, bevonatokat, hullámlemezeket, kapszulákat, tokokat, öntvényeket vagy profilttesteket alakíthatunk ki. Ezek az idomtestek lényegében teljes egészükben vermikulit-lemezekből állnak, amelyekben a lemezeket kölcsönös vonzóerők kapcsolják egymáshoz. A találmány szerint előállított vermikulit-szuszenziókból vermikulit-lemezt vagy lapot és egyéb anyagokat, például papírt vagy műanyagot tartalmazó, szendvics-szerkezetű termékeket is előállíthatunk.

A találmány szerinti eljárással közvetlenül kapott termékek folyékony vízre érzékenyek, a formázási művelet után végrehajtott ioncserés kezeléssel azonban vízállóvá tehetők. Az ioncserés kezelést például az 1016 385 sz. nagy-britanniai szabadalmi leírásban leírt módon hajthatjuk végre.

A találmány értelmében redőzött lapokat is előállíthatunk úgy, hogy a vermikulit-szuszenziót megfelelően redőzött felületű alanyagra választjuk le, vagy a szárított vermikulit-lemezt formázott préslapok vagy préshengerek között préseljük. A lapokat két irányban (hossz- és keresztirányban) is redőzhetjük; az így kapott lapok nemcsak esztétikus külsejűek, hanem mechanikai tulajdonságaik (például szakadási nyúlásuk stb.) is javulnak. A nagyméretű redőzött lapok kezelhetősége és esése is jobb a nem redőzött termékekénél. Több redőzött lapréteg összeillesztésével háromdimenziós, méhsejt-szerű szerkezeteket is kialakíthatunk.

Az idomtestek formázása közben a vizet hőközlés közben vagy anélkül végrehajtott elpárologatással távolíthatjuk el. Eljárhatunk úgy is, hogy a vizet a formázó felület (például minta) abszorbens anyagával itatjuk fel például a kerámiaiparban alkalmazott csúszóöntési eljáráshoz hasonló művelet szerint. A lemezeket elektroforetikus úton is leválaszthatjuk a szuszpenzióból; ezt a módszert célszerűen akkor alkalmazzuk, ha a víz gyors eltávolítására van szükség. Miután a víz fő tömegét az előbb ismertetett módszerek bármelyikével eltávolítottuk, a képződött vermikulit-réteget lefejtjük a formázó felületről, vagy éghetetlen bevonatként a felületen hagyhatjuk. E bevonatok további előnye, hogy vízgőz-permeabilitásuk csekély.

Azt tapasztaltuk, hogy az amerikai eredetű vermikulitokból, amelyek a dél-afrikai eredetű vermikulitoknál könnyebben válnak szét rétegekre, igen kis vízpermeabilitású lapok állíthatók elő. Így például a vermikulit-lapok vízpermeabilitása körülbelül a fele a polipropilén-filmek átlagos vízpermeabilitásának.

A vermikulit-szuszenziókat tetszés szerinti ismert

felületbevonási módszerrel, például porlasztással vihetjük fel a kezelendő szubsztátumok (például műanyagok) felületére.

A vermikulit-lapokat egyéb anyagokkal, például falemezekkel, farostlemezekkel vagy kartonpapírral kapcsolhatjuk össze úgy, hogy a felületeket megfelelő ragasztószerszerrel összetapasztjuk, vagy a vermikulit-lapot közvetlenül ezeken az anyagokon alakítjuk ki. Az így kapott, vermikulit-bevonatot hordozó anyagok a nagy-britanniai tűzbiztonsági szabványok előírásai szerint végzett vizsgálatokban kedvezőbb osztályba sorolhatók, mint a bevonatmentes anyagok. A kisfelületű lángterjedési vizsgálatban például a vermikulittal bevont anyagok elsőosztályúnak minősülnek, míg a bevonatlan alapanyagok csak harmad-, negyedosztályúnak minősíthetők.

A találmány szerinti fajtázási művelettel biztosíthatjuk, hogy a végtermékként kapott lapok fizikai jellemzői, elsősorban azok szakitószilárdsága és rugalmassága kedvezőbb a fajtázás nélküli technológiával kialakított lapokénál. A vermikulit-lapokat vagy vermikulit-papírokat előnyösen használhatjuk fel szerves polimer habok, például poliuretánhab-panelek burkolóanyagaként vagy bélésanyagaként a panelek tűzbiztonságának javítására. Ezeket a fokozott tűzbiztonságú paneleket szokásos rétegezési eljárásokkal alakíthatjuk ki.

Tapasztalataink szerint a vermikulit-lapok legalább 1000 °C-ig hőállóak. E hőmérséklet határig a lapok nem repedeznek és megtartják egybefüggő állapotukat, a lapok egyes fizikai jellemzői azonban módosulhatnak.

A vermikulit-lapokat például a következő területeken használhatjuk fel:

a) tűzbiztos védőanyagokként szerves habanyagok, fa és egyéb gyúlékony anyagok égésének megakadályozására;

b) rugalmas tűzbiztos csomagolóanyagok készítéséhez, amelyek önmagukban vagy egyéb anyagokhoz, például polimer filmekhez vagy papírhoz rétegezve megakadályozzák a tűz elterjedését;

c) tűzbiztos és nedvességálló védőanyagokként például építőanyagok külső bevonására;

d) poralakú vagy rostos hőszigetelő anyagok rugalmas tartályaiként a hőszigetelő anyag magas hőmérsékleten vagy huzamos használat hatására bekövetkező szétmállásának megakadályozására;

e) rugalmas elektromos szigetelőréteggént, például kábelburkolatként (e szigetelőrétegek tűz vagy magas hőmérséklet hatására nem sérülnek meg);

f) rugalmas tűzbiztos membránokként (ezek a membránok tűz esetén megakadályozzák a füst, gázok és egyéb szennyezőanyagok szétterjedését);

g) rugalmas láng- vagy szikravédő pajzsként például hegesztési műveletekhez;

h) kemencékben vagy égetőberendezésekben kezelendő tárgyak egymástól való elválasztására;

i) értékes, tűz hatásától megvédendő dokumentumok csomagolására vagy tárolására;

j) írott dokumentumok magas hőmérséklet hatásának ellenálló és vegyszerekkel szemben viszonylag közömbös alapanyagaiként.

A találmány szerint vizes szuszpenzióból kialakított, egymáshoz kapcsolódó vermikulit-lemezekből álló lapok húzáskor mért törőfeszültsége legalább 8000 KNm⁻², előnyösen legalább 20 000 KNm⁻².

A leírásban ismertetésre kerülő valamennyi vermiku-

lit-lap normál körülmények között meghatározott rugalmassága igen jó; a lapok sokszor hajtogathatók gyűrés közben, anélkül, hogy elszakadnának.

A törőfeszültség-értékeket 0,5 cm/perc nyújtási sebességgel végzett húzás közben határoztuk meg. A közölt adatok 24 órán át vákuum-exszikkátorban szilikagél fölött szárított lapokra vonatkoznak.

A találmány szerinti eljárást az oltalmi kör korlátozása nélkül az alábbi példákban részletesen ismertetjük.

1. példa

1 kg „Mandoval micron” típusú dél-afrikai vermikulit és 5 liter telített, vizes nátriumklorid-oldat keverékét 8 órán át visszafolyatás közben forraljuk, majd a só fölöslegét vízzel kimossuk a szilárd anyagból. A vermikulitot ezután 1250 ml 1 n vizes sósavoldat és 120 ml n-butilamin összekeverésével és vizes hígításával kialakított 5 liter n-butil-ammóniumklorid-oldatban 8 órán át visszafolyatás közben forraljuk. A só fölöslegét kimossuk, majd a szilárd anyagot vízben duzzadni hagyjuk. A teljesen duzzasztott anyagot (duzzadási arány: 6,0) két azonos részre („A” és „B” részre) osztjuk.

Az „A” anyagrészlet térfogatát vízzel 4 literre egészítjük ki, és a szuszpenziót 1 órán át „Greaves” típusú nagy sebességű keverőberendezésben (fordulatszám: 6000 fordulat/perc) őröljük. Az 50 µm-nél nagyobb méretű részecskéket a későbbiekben ismertetésre kerülő ülepítési eljárással eltávolítjuk, és mérjük a szuszpenzió flokkulált viszkozitását. A szuszpenzió flokkulált viszkozitása 500 cP. Ülepítéskor a homogén szuszpenziót szívópalackban (folyadékmagasság: 22,1 cm) 5 percig állni hagyjuk, majd a felső szuszpenziófázist dekantálással elkülönítjük a kiülepedett szilárd anyagtól. A dekantált szuszpenziót alapos keveréssel homogenizáljuk, majd a fenti körülmények között újból ülepítjük. Ezután még három ülepítési lépést hajtunk végre; minden egyes lépésben 10–10 percre állítjuk be az ülepítés idejét. Az utolsó ülepítési lépést 15,3 cm folyadékmagasság betartásával végezzük. Az utolsó dekantálási művelettel elkülönített 3290 ml térfogatú, 4,6% szilárd anyag-tartalmú szuszpenziót, amelyet a következőkben „A” szuszpenzióknak nevezünk, lappá dolgozzuk fel. Az egyes ülepítési lépésekben elkülönített szilárd maradékokat további feldolgozásra összegyűjtjük.

A duzzasztott vermikulit másik részletét, azaz a „B” anyagrészletet az „A” anyagrészlethez hasonló módon kezeljük. 3530 ml térfogatú szuszpenziót („B” szuszpenzió) kapunk, amely 4,6% szilárd anyagot tartalmaz. Az egyes ülepítési lépésekben elkülönített szilárd maradékokat további feldolgozásra összegyűjtjük.

Az „A” és „B” szuszpenzió előállításakor kapott szilárd maradékokat egyesítjük, vízzel 4 liter térfogatra egészítjük ki, és a kapott szuszpenziót az „A” szuszpenzió előállításánál ismertetett módon őröljük és ülepítjük. A kapott szuszpenzió térfogatát 4470 ml-re egészítjük ki. Az így kapott szuszpenzió („C” szuszpenzió) 3,6% szilárd anyagot tartalmaz.

Elektronmikroszkópos vizsgálat szerint a „C” szuszpenzió

- (i) 1 µm-nél kisebb átmérőjű szemcséket,
- (ii) körülbelül 1–10 µm átmérőjű szemcséket, és
- (iii) néhány legfőbb körülbelül 40 µm átmérőjű szemcsét tartalmaz.

A „C” szuszpenzió bepárlásával kapott vermikulit-lap törőfeszültsége $22\,251\text{ KNm}^{-2}$, nyújtási modulusza pedig 4149 MNm^{-2} . A lap normál körülmények között meghatározott rugalmassága kedvező; a lap legalább 20-szor hajlítható gyűrész közben szakadás nélkül. Az „A” szuszpenzió bepárlásával előállított vermikulit-lap rugalmassága a fentiéhez hasonló, törőfeszültsége $23\,195\text{ KNm}^{-2}$, nyújtási modulusza pedig 1430 MNm^{-2} .

2. példa

1 kg, az 1. példa szerint felhasználttal azonos minőségű dél-afrikai vermikulit és 5 l telített, vizes nátrium-klorid-oldat keverékét fél órán át visszafolytatás közben forraljuk, majd a szilárd anyagot alaposan átmoszuk desztillált vízzel. A víz fölöslegét leszívjuk, majd a szilárd anyagot 5 liter, az 1. példában közölték szerint előállított n-butil-ammóniumklorid-oldathoz adjuk, és a szuszpenziót 2 órán át visszafolytatás közben forraljuk. Ezután a vermikulitot desztillált vízzel mossuk, és a maximális duzzadás (duzzadási arány: 4,8) eléréséig vízben állni hagyjuk. A duzzasztott vermikulitot az 1. példában ismertetett módon, „Greaves” típusú keverőberendezés alkalmazásával öröljük.

Az őrlés után kapott szuszpenziót $50\text{ }\mu\text{m}$ száltávolságú rozsdamentes acélszítán bocsátjuk át, és így eltávolítjuk az $50\text{ }\mu\text{m}$ -nél nagyobb méretű részecskéket. A kapott szuszpenzió flokkulált viszkozitása 500 cP . A fajtázott szuszpenzió szilárd anyag-tartalma $4,12\text{ vegyes\% (g/100 ml)}$.

A szuszpenziót éjszakán át szobahőmérsékleten, jól szellőztetett térben (például szívófülkében) vízmentesítve $0,13\text{ mm}$ vastag lapot alakítunk ki. Az így kapott lap törőfeszültsége $24\,480\text{ KNm}^{-2}$, nyújtási modulusza pedig 1929 MNm^{-2} . A lap normál körülmények között meghatározott rugalmassága jó; a lap húsnál többször hajtogatható szakadás nélkül.

3. példa

1 kg „Zonolite No. 4” típusú észak-amerikai vermikulitot a 2. példában ismertetett módon kezelünk. A vermikulit duzzadási aránya 5,6; az $50\text{ }\mu\text{m}$ -nél nagyobb méretű szemcséktől szűréssel elválasztott szuszpenzió szilárd anyag-tartalma $3,5\text{ vegyes\%}$.

A kapott szuszpenzióból a 2. példában közölték szerint vermikulit-lapokat készítünk. A lapok törőfeszültsége $50\,592\text{ KNm}^{-2}$ -ig, nyújtási modulusza pedig 6069 MNm^{-2} -ig terjed. A kapott lapok rugalmassága hasonló az 1. és 2. példa szerint előállított termékekéhez.

4. példa

150 g „Mandoval micron” típusú dél-afrikai vermikulitot 3 héten át időnkénti keverés közben $26,4\text{ súly\%}$ -os vizes lítiumklorid-oldatban áztatunk.

A kezelési idő leteltével az ásványi anyagot desztillált vízzel alaposan átmoszuk, és teljes duzzadásig (duzzadási arány: 3,0) desztillált vízben állni hagyjuk.

A duzzasztott ásványi anyagot tartalmazó szuszpenzió térfogatát desztillált vízzel 3 literre egészítjük ki, és

a kapott szuszpenziót 1 órán át „Greaves” típusú őrlőberendezésben (fordulatszám: $6000\text{ fordulat/perc}$) öröljük. Az $50\text{ }\mu\text{m}$ -nél nagyobb méretű durva szemcséket az 1. példában ismertetett ülepítési módszerrel eltávolítjuk. Az utolsó ülepítési lépést $12,0\text{ cm}$ folyadékmagasság betartásával végezzük. Az utolsó ülepítési műveletben kapott felső szuszpenziófázis $22,2\text{ vegyes\%}$ szilárd anyagot tartalmaz.

A szuszpenzióból a 2. példában megadott módon vermikulit-lapot készítünk. A lap törőfeszültsége 8892 KNm^{-2} , nyújtási modulusza pedig 2012 MNm^{-2} . A lap szakadás előtt normál körülmények között 14-szer hajlítható.

5. példa

1 kg amerikai vermikulit és $30\text{ súly\%}$ -os vizes lítiumklorid-oldat keverékét 2 órán át visszafolytatás közben forraljuk. A só fölöslegét csapvízzel mossuk ki, az utolsó mosást azonban desztillált vízzel végezzük, és a duzzadást desztillált vízben tesszük teljessé. A vermikulit duzzadási aránya 9,0. A duzzasztott vermikulitot az 1. példában megadott módon „Greaves” típusú őrlőberendezésben öröljük, majd $50\text{ }\mu\text{m}$ száltávolságú szítán szűrjük. A szűrt szuszpenzió $4,2\text{ vegyes\%}$ szilárd anyagot tartalmaz.

A szuszpenzióból a 2. példában közölték szerint vermikulit-lapot készítünk. A lap törőfeszültsége $10\,209\text{ KNm}^{-2}$, nyújtási modulusza pedig 1283 MNm^{-2} .

6. példa

Az 1. példában a „C” szuszpenzió előállításánál ismertetett módon $3,6\text{ }\%$ szilárd anyagot tartalmazó vizes n-butil-ammónium-vermikulit-suszpenziót állítunk elő. 300 ml így kapott szuszpenziót 9 cm folyadékmagasságig tartályba töltünk, 80 órán át állni hagyjuk, majd a 190 ml térfogatú felső szuszpenziófázist dekantálással elválasztjuk az üledéktől. Az így kapott szuszpenzió az eredetileg jelen volt szilárd anyagmennyiség $24\text{ }\%$ -át tartalmazza. A szuszpenzióból bepárlással kialakított lap törőfeszültsége $30\,424\text{ KNm}^{-2}$, nyújtási modulusza pedig 4866 MNm^{-2} .

A dekantálással elkülönített szuszpenzió elektronmikroszkópos vizsgálat szerint csak $1\text{ }\mu\text{m}$ -nél kisebb átmérőjű részecskéket tartalmaz.

Hasonló minőségű szuszpenziót gyorsabban is előállíthatunk, ha az ülepedési folyamat meggyorsítására a szuszpenziót kis sebességű (például $4000\text{ fordulat/perc}$ forgássebességű) centrifugában kezeljük.

7. példa

Az 1. példában az „A” szuszpenzió előállításánál ismertetett módon $4,6\text{ }\%$ szilárd anyagot tartalmazó vizes n-butil-ammónium-vermikulit-suszpenziót alakítunk ki. A szuszpenziót egymás után $20\text{ }\mu\text{m}$, $10\text{ }\mu\text{m}$ és $5\text{ }\mu\text{m}$ száltávolságú szítán bocsátjuk át; az átáramlás zavarait ultrahang-kezeléssel küszöböljük ki. Az egyes szűrt frakciók és a szűretlen alap-suszpenzió mintáit bepároljuk. A kapott lapok fizikai jellemzőit az 1. táblázatban közöljük. Egy külön végzett kísérletben azt

tapasztaltuk, hogy az ultrahang-besugárzás önmagában nem befolyásolja a lapok nyújthatósági jellemzőit.

1. táblázat

Maximális részecskeméret, μm	Törőfeszültség KNm^{-2}	Nyújtási modulusz MNm^{-2}
szűretlen	23 195	1430
20	30 869	3416
10	43 821	4224
5	60 521	6091

A kész vermikulit-lapok szakítószilárdságát például 30%-ig terjedő mértékben fokozhatjuk, ha a lapokat párhuzamos préslemezek között préseljük. A lapokra például 10 MNm^{-2} nagyságrendű nyomást gyakorolhatunk körülbelül 10 percen át.

8. példa

6 kg „Mandoval micron” típusú délafrikai vermikulitot 2×3 kg-os részletekben fél órán át 15 l telített, vizes nátriumklorid-oldatban visszafolyatás közben forralunk. Az ásványi anyagot desztillált vízzel alaposan mossuk, majd 15 l, az 1. példában közölt módon előállított n-butil-ammóniumklorid-oldatban forraljuk. Az ásványi anyagot desztillált vízzel ismét alaposan átmosuk, majd 20 literes tartályokban duzzasztjuk. Mindkét anyagrészlet esetén a kezelt ásványi anyag eredeti térfogatának 5,5-szeresére duzzad. A két anyagrészletet egyesítjük, és a kapott zagy szilárd anyag-tartalmát 9 súly%-ra állítjuk be.

A zagy 4 literes mintáit 6000 fordulat/perc sebességgel üzemelő „Greaves” típusú keverőberendezésben, 2 literes mintáit körülbelül 15 000 fordulat/perc sebességgel üzemelő „Ilado” típusú malomban, 1 literes mintáit pedig 14 000 fordulat/perc sebességgel üzemelő „Kenwood” típusú élelmiszeripari turmixgépben aprítjuk.

Az egyes mintákat $50 \mu\text{m}$ szállávtávolságú szitán bocsátjuk át. Az egyes minták flokkulált viszkozitásának meghatározására a mintákból 50 ml térfogatú, 3,5 súly% szilárd anyag-tartalomra beállított alikvot részeket különítünk el, a szuszpenzió-részletekhez növekvő mennyiségű 1 n vizes sósavoldatot adunk, a vermikulit-suszpenziókat mágneses keverőberendezésben összekeverjük a savval, majd a kapott flokkulált szuszpenziókat gyors ütemben viszkoziméterbe töltjük, és meghatározzuk a viszkozitást. A viszkozitásméréseket rögzített, 58 sec^{-1} értékű nyírásintenzitással működő „Haake Rotovisko RV3” típusú viszkoziméteren 25°C -on végezzük, és a kapott értékekből meghatározzuk a maximális viszkozitást. A nem-flokkulált szűrt szuszpenziókból vermikulit-lapokat készítünk, a lapokat 24 órára vákuum-exszikkátorba helyezük, majd meghatározzuk a kapott termékek törőfeszültségét. A törőfeszültség és a flokkulált viszkozitás közötti összefüggéseket a 2. táblázat adatai szemléltetik.

2. táblázat

Örlőberendezés típusa	Örlési ideje, perc	Konverzió, %	Flokkulált viszkozitás, cP	Törőfeszültség KNm^{-2}
5 Greaves	45	37	630	32 700
	90	47	510	22 750
10 Ilado	2	35	650	27 050
	20	78	600	26 500
15 Kenwood	5	30	470	23 000
	30	68	440	16 200

* $50 \mu\text{m}$ -nél kisebb méretű részecskékké alakított vermikulit százalékos aránya a szuszpenzió teljes vermikulit-tartalmához viszonyítva

Szabadalmi igénypontok

- 20 1. Eljárás vermikulit-lemezeket tartalmazó vizes szuszpenziók, illetve vermikulit-alapú szilárd idomtestek előállítására ásványi vermikulit duzzasztása és örlése útján, azzal jellemezve, hogy
 - (1) ásványi vermikulitot nátrium-, lítium- és/vagy
- 25 1–6 szénatomos alkil-csoportokat hordozó ammóniumkationt tartalmazó egy vagy több sós vizes oldattal kezelve, majd vízzel mosva eredeti térfogatának legalább kétszeresére duzzasztunk,
- (2) a duzzasztott vermikulitot tartalmazó vizes szuszpenziót nyíróerő hatásának tesszük ki mindaddig, amíg az alapsuszpenzióból egy $50 \mu\text{m}$ -nél kisebb méretű vermikulit-részecskéket tartalmazó, legalább 100 cP flokkulált viszkozitású vizes szuszpenzió különíthető el,
- (3) a kapott teljes szuszpenzióból eltávolítjuk az $50 \mu\text{m}$ -nál nagyobb átmérőjű részecskéket, majd szilárd idomtestek előállítása esetén
- (4) az így kapott vizes szuszpenzióból a szuszpendált vermikulit-részecskéket szilárd formázó felületre választjuk le, a rendszerből eltávolítjuk a vizet, és
- (5) kívánt esetben a kapott vermikulit-réteget habosított műanyagra visszük fel vagy habosított műanyagba ágyazzuk be. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás foganatosítási módja, azzal jellemezve, hogy az ásványi vermikulitot eredeti térfogatának legalább négyszeresére duzzasztjuk. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)
3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás foganatosítási módja, azzal jellemezve, hogy a duzzasztáshoz olyan sókat használunk fel, amelyek közömbös, a duzzasztási művelet során kémiaiilag nem bomló aniont tartalmaznak. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)
4. A 3. igénypont szerinti eljárás foganatosítási módja, azzal jellemezve, hogy közömbös anionként kloridiont tartalmazó sókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)
5. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás foganatosítási módja, azzal jellemezve, hogy az (1) lépésben az ásványi vermikulit és a vizes sóoldat keverékét visszafolyatás közben forraljuk, majd az ásványi anyagot tiszta vízben áztatjuk. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)
6. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás foganatosítási módja, azzal jellemezve, hogy az (2) lépésben legalább 400 cP flokkulált viszkozitású szuszpenziót alakítunk ki. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

7. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (3) lépésben az összes 20 μm -nél nagyobb méretű részecskét eltávolítjuk a szuszpenzióból. (Elsőbbsége: 1976. december 9.)

8. A 7. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (3) lépésben az összes 5 μm -nél nagyobb méretű részecskét eltávolítjuk a szuszpenzióból. (Elsőbbsége: 1976. december 9.)

9. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (2) lépést 1—50 súly% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókon hajtjuk végre. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

10. A 9. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy 5—25% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

11. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (3) lépés-

ben 1—25% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

12. A 9. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy 5—10% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

13. Az előző igénypontok bármelyike szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (4) lépésben 5—70 súly% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

14. A 13. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy 10—40% vermikulitot tartalmazó szuszpenziókat használunk fel. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)

15. A 13. vagy 14. igénypont szerinti eljárás fogantatási módja, azzal jellemezve, hogy a (4) lépésben a vizet elpárologtatással, abszorpcióval vagy elektroforézissel távolítjuk el a szuszpenzióból. (Elsőbbsége: 1976. szeptember 23.)