

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) FI 851423 A7

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **851423**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C01D 7/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **10.04.1985**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **10.04.1985**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **14.10.1985**

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

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

13.04.1984 SE 8402059-3

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Casco Nobel AB, Box 11538, 100 61 Stockholm, SVERIGE, (SE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Inge, Mats, Sweden, SVERIGE, (SE)

2 • Johansson, Carl E., Sweden, SVERIGE, (SE)

3 • Kittilsen, Ulf, Sweden, SVERIGE, (SE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab, Iso Roobertinkatu 4 - 6 A, 00120 Helsinki

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

Kyllästetty paperi ja menetelmä sen valmistamiseksi.

Impregnerat papper samt förfarande för dess framställning.

Kyllästetty paperi ja menetelmä sen valmistamiseksi -
Impregnerat papper samt förfarande för dess fram-
ställning

5 Tämä keksintö koskee paperia, joka on kyllästetty fenolin ja formaldehydin esikondensaatilla ja menetelmää sen valmistamiseksi.

10 Fenolihartsilla kyllästetty paperi valmistetaan kyllästämällä paperiraina fenolin ja formaldehydin esikondensaatin vesipitoisella liuoksella jonka jälkeen raina kuivataan lämmössä, jolloin hartsi kovettuu ei-tahmeaksi. Kuivassa paperirainassa oleva hartsi voi vielä sulaa ja se voidaan kovettaa lopullisesti lämmittämällä.

15 Kyllästettyä paperia käytetään yleisimmin muiden aineiden pinnan päällystämiseksi, jolloin käytetään yhtä tai useampaa kyllästettyä paperiarkkia päällystämistä varten paineen ja lämmön avulla. Tämän yhteydessä hartsi sulaa ja kostuttaa substraatin ja tämän jälkeen hartsi sitoutuu lopullisen kovettumisen aikana sulamattomaan ja liukenemattomaan muotoon.

20 Sekä kyllästetyn paperirainan valmistuksessa että lopullisessa laminaatioprosessissa on toivottavaa että hartsi kovettuu nopeasti koneiden ja puristimien optimaaliseksi käyttämiseksi. Nopeuteen voidaan vaikuttaa hartsin valinnan, pH-arvon säädön ja erilaisten lisäaineiden avulla. Hartsin kovettumisnopeuteen vaikutetaan täten yleensä kaikissa kovettumisvaiheissa. Koska kyllästettyä paperia yleensä käytetään puolivalmiina tuotteena ja valmistuksen ja lopullisen käytön välillä on huomattava varastointijakso voidaan kovettumisnopeutta normaalisti nostaa vain heikentyneen varastointikestävyyden kustannuksella. Eräs toinen ongelma on että kyl-

25

30 lästetyllä paperilla on puolivalmiina tuotteena oltava hyvä mekaaninen lujuus, hyvä joustavuus ja vakaa reaktiivisyys.

Kyllästettyä paperi^{-a/}varten ei siis, ilman lisätoimenpiteitä, voida käyttää valinnaisia kiihdyttimiä ja kovettumisaineita, joita muissa tilanteissa voidaan käyttää fenolihartsien suoraksi lopulliseksi kovettamiseksi.

- 5 Tämän keksinnön päätarkoituksena on tehdä kovettumisnopeuden nostamiⁿsen mahdolliseksi vähentämättä varastointistabi-
liteettia vastaavasti. Tämän keksinnön eräänä toisena tar-
koituksena on tehdä kovettumisnopeuden nostamiⁿsen mahdolli-
seksi heikentämättä kyllästetyn paperin ominaisuuksia muilta
10 osin.

Nämä tarkoitukset on saavutettu tavalla, joka ilmenee pa-
tenttivaatimuksista.

- Tämän keksinnön mukaan on saatu aikaan kyllästetty paperi,
joka sisältää fenoli/formaldehydiesikondensaatin ja kuplia
15 joissa on vapaata hiilidioksidia. Kuplat ovat sisäänsulje-
tut paperissa olevaan kuivattuun ja osittain kovettuneeseen
esikondensaattiin. Kuplat voivat muodostua kyllästys- ja/tai
kuivausprosessin aikana karbonaatin reaktion tai hajaantumisen
takia, joka sopivimmin lisää kyllästämisluiukseen,
20 joka sisältää esikondensaatin, ennen paperin kyllästämistä.
Karbonaatti voidaan myös muodostaa itse kyllästämisluiukses-
sa lisäämällä hiilidioksidikaasua.

- On huomattu, että keksinnön mukaisella kyllästetyllä pape-
rilla, joka sisältää vapaan hiilidioksidin kuplia, saadaan
25 aikaan huomattava puristusaikojen lyheneminen laminoimisen
yhteydessä heikentämättä kyllästetyn paperin varastointista-
bilitteettia, Tämä ei myöskään vaikuta negatiivisesti paperin
ominaisuuksiin muilta osin. Päinvastoin on todettu, että hii-
lidioksidikuplien vapautuminen kalvoon saa aikaan kalvon,
30 jonka käyttökelpoisuus on erittäin hyvä.

Sopivia karbonaatteja, joita voidaan käyttää keksinnön mukaan,

ovat esimerkiksi natriumkarbonaatti, kaliumkarbonaatti, natriumbikarbonaatti, kaliumbikarbonaatti, magnesiumkarbonaatti ja sinkkikarbonaatti. Sopivana pidetään jotakin bikarbonaattia ja tällöin erityisesti natriumbikarbonaattia.

- 5 Karbonaattia voidaan lisätä noin 0,1 - 10 paino%, sopivimmin 0,5 - 5 paino%, esikondensaatista laskettuna.

- Keksinnön erään rakennemuodon mukaan kyllästetty paperi sisältää oleellisen karbonaattimäärän, joka ei ole hajonnut hiilidioksidiksi. Kyllästetyssä paperissa olevan hajoamattoman karbonaatin määrää voidaan säätää karbonaatin valinnan, lisätyn karbonaatin määrän, kyllästysliuoksen pH-arvon ja kuivauslämpötilan avulla.
- 10

- Karbonaatin läsnäolo tulee myös nostamaan fenolihartsin kovettumisnopeutta. On kuitenkin todettu, että hiilidioksidia sisältävien kuplien muodostuminen kyllästettyyn paperiin on välttämätöntä kyllästetyn paperin varastointistabiliteetia varten puolivalmiina tuotteena.
- 15

- Keksinnön mukaan voidaan käyttää tavanomaisia fenolihartseja tai fenolimodifioituja hartseja paperin kyllästämiseksi, esimerkiksi hartseja, joiden moolisuhde formaldehydi/fenoli on noin 1,0 - 3,0.
- 20

Kyllästysliuos on sopivimmin hartsin vesipitoisen liuoksen muodossa, joka sisältää noin 40 - 80 paino% hartsia.

- Keksinnön mukaisen menetelmän mukaista kyllästettyä paperia valmistettaessa karbonaatti lisätään sopivimmin hartsia sisältävään kyllästysliuokseen. Tämä voidaan suorittaa antamalla hiilidioksidikaasun kuplia liuoksen läpi tai lisäämällä ainetta, joka vapauttaa hiilidioksidia sitä kuumennettaessa. Kyllästysliuokseen voidaan myös suoraan lisätä kiinteitä karbonaatteja tai ne voidaan lisätä liuoksina tai vesipitoisina liejuina. Erityisen sopivaa on lisätä karbonaat-
- 25
- 30

teja, jotka kykenevät vapauttamaan hiilidioksidia kuivumisen yhteydessä. joko hajottamalla karbonaattia sinänsä tai antamalla sen reagoida muun aineen kanssa. Sopivimpana pidetään liukenevia karbonaatteja. Bikarbonaatit, kuten natriumkarbonaatti, on todettu erityisen sopiviksi. Tavanomaiset lisäaineet, kuten erotusaineet, vahat, kostutusaineet jne. voivat myös olla läsnä.

Paperirainan kyllästämisen jälkeen se kuivataan tavanomaisella tavalla lämmittämällä sitä ilmassa, jonka lämpötila on noin 150 - 200°C. Keksinnön mukaista lisäainetta käyttämällä voidaan kuivumisaikaa yleensä lyhentää koska hartsit kovettuvat nopeammin haluttuun esikovettumisasteeseen. Kuivumisolosuhteet on sopivimmin valittu siten, että hiilidioksidi voi vapautua karbonaatista ja tämä voidaan todeta sen perusteella että kalvo tulee himmeämmäksi kuin muutoin. Karbonaatin valinnan lisäksi voidaan kyllästysliuoksen pH-arvoa ja kuivauslämpötilaa käyttää vaikuttamaan kaasun vapautumiseen.

Valinnaisen välivarastoinnin jälkeen tavanomaisella tavalla voidaan kuivaa paperia käyttää tavanomaisissa sovellutuksissa. Laminointi muiden aineiden kanssa ja/tai usean paperikerroksen yhteenlaminointi suoritetaan normaalisti puristimissa 5 - 20 kg/cm²:n paineilla ja 90 - 180°C:n lämpötiloissa. Kuten jo edellä on mainittu voidaan hartsin lopullista kovettumista varten vaadittavaa aikaa lyhentää keksinnön avulla, usein puoleen aikaisemmasta. Olosuhteista riippuen voivat puristusajat olla esimerkiksi 20 sekunnin ja 15 minuutin välillä.

Keksinnön mukaista paperia käytetään sopivimmin pintaviimeistelykalvona puuperustaisia aineita varten ja erityisesti paneelikalvona.

Esimerkki

- Tavanomaiseen vesipitoiseen paperin kyllästysliuokseen, joka sisältää 60 paino% fenolihartsia (moolisuhde formaldehydi/fenoli 1,6; viskositeetti 120 mPas 25°C:n lämpötilassa),
- 5 jonka pH on edeltä käsin säädetty arvoon 9,5, lisätään 1 paino% natriumbikarbonaattia laskettuna kyllästysliuoksesta. Lisäksi lisätään väriaineita, kosteutusaineita ja erotusaineita tavanomaisella tavalla. Hartsia käytetään 40 g/m²:n absorboivan voimapaperin kyllästämiseksi, joka kuivataan
- 10 kyllästyslaitteen kuivausvyöhykkeissä 160 - 180°C:n lämpötiloissa varastointistabiilin kalvon aikaansaamiseksi, jonka kokonaispaino on 120 g/cm² ja jäännöskosteuspitoisuus 6-8%. Kalvo puristetaan tämän jälkeen vanerisubstraatille kuumapuristimessa 135°C:n puristuslämpötilassa ja 1400 - 1800 kPa:n
- 15 paineessa. Puristusaika oli vain 4 minuuttia verrattuna noin 7 minuuttiin, joka on normaalia.

Patenttivaatimukset:

1. Kyllästetty paperi, joka sisältää fenolin ja formaldehydin esikondensaatin, t u n n e t t u siitä, että se sisältää vapaan hiilidioksidin kuplia.
- 5 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kyllästetty paperi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää karbonaatti- tai hiilidioksidilisäyksen.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen kyllästetty paperi, t u n n e t t u siitä, että karbonaatti on bikarbonaatti.
- 10 4. Patenttivaatimuksen 2 mukainen kyllästetty paperi, t u n n e t t u siitä, että karbonaatti on natriumbikarbonaatti.
5. Patenttivaatimuksen 2 mukainen kyllästetty paperi, t u n n e t t u siitä, että lisätyn karbonaatin määrä on 0,1 - 10 paino% esikondensaatista laskettuna.
- 15 6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen kyllästetty paperi, t u n n e t t u siitä, että määrä on 0,5 - 5 paino% esikondensaatista laskettuna.
7. Menetelmä fenolin ja formaldehydin esikondensaatin sisältävän kyllästetyn paperin valmistamiseksi kyllästämällä pa-
20 peri fenoli/formaldehydiesikondensaatin vesipitoisella kyl-
lästysliuoksella, jota seuraa esikondensaatin kuivaaminen ja osittainen kovettaminen, t u n n e t t u siitä, että karbo-
naattia lisätään kyllästysliuokseen ja että kuivaaminen suo-
ritetaan olosuhteissa, jotka aiheuttavat hiilidioksidia si-
25 sältävien kuplien vapautumisen paperiin.
8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että karbonaatti muodostetaan in situ kyllästysliuoksessa kuplittamalla hiilidioksidia sen läpi.

Patentkrav:

1. Impregnerat papper innehållande ett förkondensat mellan fenol och formaldehyd, k ä n n e t e c k n a t därav, att det innehåller blåsor av fri koldioxid.
- 5 2. Impregnerat papper enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det innefattar en tillsats av karbonat eller koldioxid.
3. Impregnerat papper enligt krav 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att karbonatet är ett vätekarbonat.
- 10 4. Impregnerat papper enligt krav 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att karbonatet är natriumvätekarbonat.
5. Impregnerat papper enligt krav 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att mängden tillsatt karbonat till hartset ligger mellan 0,1 och 10 viktprocent beräknat på förkondensatet.
- 15 6. Impregnerat papper enligt krav 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att mängden ligger mellan 0,5 och 5 viktprocent beräknat på förkondensatet.
- 20 7. Förfarande för framställning av impregnerat papper innehållande ett förkondensat mellan fenol och formaldehyd, genom impregnering av ett papper med en vattenhaltig impregneringslösning av ett fenol/formaldehydförkondensat med efterföljande torkning och delvis härdning av förkondensatet, k ä n n e t e c k n a t därav, att ett karbonat sättes till impregneringslösningen och att torkningen genomföres under betingelser som leder till frigöring av blåsor innehållande koldioxid i ~~hartset~~ ^{papperet}.
- 25 8. Förfarande enligt krav 7, k ä n n e t e c k n a t därav, att karbonat bildas in situ i impregneringslösningen genom genombubbling av koldioxidgas.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

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

FI

CH

DE

H 2426995 (D21H3/50)

DK

FR

GB

P 882296 (B28c), 1069625 (D06m)
1168778 (D04h1/60)

NO

K 154315 (D21H3/66)

SE

P 121357 (55c2)

US

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

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Tappi, March 1978, Vol 61, No 3 pp 101-105 (Watts, Golden F. and Vozzella, Albert F. : Phenolic resin technology).

1.2.90 AS

Allekirjoitus