

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

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

(10) **FI 780163 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 780163

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
C08J 0/

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 18.01.1978

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 18.01.1978

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 16.03.1979

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

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

15.09.1977 US 83364477

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • KLEIN, MAX, TOWN UNKNOWN, , (MI)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • KLEIN MAX, TOWN UNKNOWN, , (MI)

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

Mikropartiklar av expanderade styrenpolymerer och polyolefiner och förfarande för deras framställning

Max Klein, 257 Riveredge Road, Tinton Falls, New Jersey 07724,
Yhdysvallat

Paisutettujen styreenipolymeerien ja polyolefiinien mikrohiukkasia ja niiden valmistus - Mikropartiklar av expanderade styrenpolymerer och polyolefiner och förfarande för deras framställning

Keksinnön kohteena ovat sekä nesteiden että kaasujen suodatuksessa ja puhdistuksessa käyttökelpoiset mikrohiukkaset sellaisinaan tai vesipitoisena suspensiona, valmistettuna paisutetusta, kestopuovisesta, paisutetussa muodossaan ei-hauraasta polymeeristä, joka on styreenipolymeeri, polyolefiini, joka on polyeteeni, polypropeeni, polybuteeni tai polymetyylipenteeni, tai mainittujen styreenipolymeerin tai polyolefiinien kopolymeeri tai seos. Lisäksi keksinnön kohteena on menetelmä tällaisten mikrohiukkasten valmistamiseksi.

Keksinnön mukaisille mikrohiukkasille on tunnusomaista, että ne

- a) ovat 40-325 μm pitkiä ja 20-325 μm leveitä,
- b) ovat oleellisesti täysin vapaita niistä koskemattomista soluista, joista mikrohiukkaset on valmistettu,

c) eivät yksittäisten mikrohiukkasosasten ääriviivojen osalta oleellisesti ole samankaltaisia, ja

d) ovat tiheydeltään noin 85 prosenttia - noin oleellisesti samoja kuin vastaava paisuttamaton polymeeri.

Paisutetusta polymeeristä valmistettuja mikrohiukkasia ja niiden vesisuspensioita tunnetaan US-patenttijulkaisusta 3 630 820 ja DE-hakemusjulkaisusta 14 54 822. Menetelmä tällaisten tuotteiden valmistamiseksi tunnetaan The Fitzpatrick Companyn tiedonannosta n:o 152 sekä GB-patenttijulkaisusta 922 306.

US-patenttijulkaisussa 3 630 820 ei esitetä esillä olevan keksinnön mukaisten polymeerimikrohiukkasten spesifisiä ominaisuuksia, eikä siinä myöskään mainita mitään siinä kuvattujen polymeeripartikkelien koosta tai tiheydestä.

Tässä US-patenttijulkaisussa ei myöskään mainita polymeeripartikkeleja, jota ovat oleellisesti täysin vapaat koskemattomista soluista. Ko. US-patenttijulkaisun ainut kappale, joka koskee solujen tilaa on palsta 4, rivit 55-62, jossa partikkelien on sanottu omaavan "repeämiä, jotka ulottuvat ulkopinnoilta partikkelien sisustaa tai keskustaa kohti", jolloin partikkelien pinta-alue "leikkaa oleellisen määrän soluja avatakseen täten solut ulkopuolelle". Ko. US-patenttijulkaisu kokonaisuudessaan osoittaa palstalla 1, riveillä 52-54 vaahtopolystyreenipalteleiden leikkautumisen partikkeleiksi "niin että olennainen osa kunkin partikkelin solusta on auki" ja riveillä 69-70, että "olennainen määrä aiemmin sulkeutuneista vaahtosoluista on auki" ja palstalla 5, riveillä 7-8, että "leikkautuneilla partikkeleilla on suuria määriä avoimia soluja". Nämä esitykset osoittavat selvästi nimenomaisen eron hakijan polymeerimikrohiukkasiin, jotka ovat oleellisesti täysin vapaat ehjistä koskemattomista soluista. Varmasti "oleellisesti täysin vapaat" on huomattavasti enemmän ja selvästi eri asia kuin vain "olennainen osa", "olennainen määrä" ja "suuria määriä" avoimia soluja. Sen, että patenttivaatimuksen 1 määräite b eroaa selvästi ko. US-patenttijulkaisun määritteistä, osoittavat edelleen muut tämän viitejulkaisun osat.

US-patenttijulkaisun 3 630 820 (palsta 4, rivit 56-57) "rosoiset epätasaisuudet tai reunat ja repeytymät" ulottuvat ulkopinnoilta ainoastaan partikkelien sisustaa tai keskustaa kohti aiheut-

taen pintaleikkauksia olennaisessa määrässä soluja avatakseen näin täten leikkautuneet solut ulkopuolelle. Se, että nämä repeytymät ulottuvat ainoastaan "sisustaa kohti" avatakseen ainoastaan "olennaisen määrän soluja" osoittaa selvästi, että huomattavan määrän sisäpuolella olevia soluja täytyy yhä olla koskemattomia. Tämän vuoksi ko. US-patenttijulkaisun partikkelien ei voida sanoa esittävän tai ehdottavan hakijan patenttivaatimuksissa olevaa määritettä b.

Ko. US-patenttijulkaisuun kuuluu myös kuvaus (palsta 1, rivit 12-22) yleisestä käytännöstä käyttää polystyreenivaahtopartikkeleja tuottaessa esimerkiksi kipsilevyjä vähentämään niiden painoa. Palstalla 4 (rivit 63-74) ja palstalla 5 (rivit 26-27) esitetään, että ko. viitejulkaisun partikkelit ovat "erityisen edullisia" rakennuslevyjen valmistuksessa. US-patenttijulkaisun 3 630 820 patenttivaatimus 1 koskee kiinteää esinettä (joka voi olla rakennuslevy kuten patenttivaatimuksessa 2), joka sisältää rakeita, jotka käsittävät sementtipartikkeleja, hiekkaa ja kipsiä, kuten kuvataan palstalla 4, riveillä 63-72. Edelleen tässä patenttivaatimuksessa 1 esitetään, että tässä kiinteässä esineessä on (rivit 4-5) "useita umpisoluisia polystyreenivaahtopartikkeleja, jotka ovat olennaisen tasaisesti jakautuneina kaikkialle esineeseen" ja "jolloin esineen tiheys on pienempi" (rivi 17) ja (US-patenttijulkaisu patenttivaatimus 1 rivit 9-11) "jonka ulkopinnat leikkautuvat" ja "avaten useita vaahtopolystyreenisoluja" ja "vähintään joidenkin pintojen edelleen päättyessä useisiin rosoisiin reunoihin avoimien polystyreenisolujen määrän lisäämiseksi" (rivit 12-14), ja "jolloin esineen tiheys on pienempi". Nämä rajoitukset ko. US-patenttijulkaisun patenttivaatimuksessa 1 osoittavat edelleen, että se ei koske partikkeleita, jotka ovat "oleellisesti vapaat koskemattomista soluista" ja poikkeaa siten ehdottomasti esillä olevan patenttihakemuksen patenttivaatimuksen 1 määritteestä b ja korostaa sen epäilmeisyyttä.

US-patenttijulkaisussa 36 30 820 myöskään missään esitetä, että polymeeripartikkelit lisättäisiin veteen lietteen muodostamiseksi. Pikemminkin ainoa ko. US-patenttijulkaisussa esitetty liette-tyyppi on vesiliete, joka muodostuu rakeista kuten kipsistä, betonista tai laastista ja vedestä (palsta 1, rivit 21-22). US-patentti-

HYV. NAHT.

julkaisussa 36 30 820 palsta 1, rivit 51-57) esitetään raemateriaalien sekoittaminen (sellaisen lietteen muodostamiseksi kuin on esitetty palstalla 1, riveillä 21-22) ja leikattujen vaahtopolystyreenipartikkelien vieminen tähän lietteeseen ja sekoittaminen niiden jakamiseksi tasaisesti raemateriaalien vesilietteeseen.

Edelleen ko. US-patenttijulkaisun palstalla 4, riveillä 63-62 esitetään rae-esineiden, kuten levyn tekeminen poistamalla nestekomponentti rakeiden ja veden välille muodostuneesta lietteestä ja että rakeet voivat käsittää sementtipartikkeleja, hiekkaa, kipsipartikkeleja ja vastaavaa. Myös palstalla 5, riveillä 8-15 todetaan, että leikatut vaahtopartikkelit sekoitetaan lietteen kanssa (so. rakeet vedessä) sekoittamalla lietettä, jotta saadaan partikkelien tasainen jakautuminen, jolloin liete ja erityisesti sen nestefaasi (so. vesi) menee vaahtopartikkelien avoimiin soluihin lisäten niiden tiheyttä, jolloin vaahtopartikkelien nousu lietteen pintaa kohti estyy ja lietteen läpäisemät vaahtopartikkelit pysyvät tasaisesti jakautuneina lietteessä.

Edellä esitetyt US-patenttijulkaisu 36 30 820 kohdat, jotka ovat ainoat lietettä koskevat kohdat, osoittavat, että ko. julkaisussa ei esitetä, että sen partikkeleita voitaisiin lisätä nestemäiseen väliaineeseen, kuten veteen, lietteen muodostamiseksi siitä, vaan pikemminkin ainoastaan, että partikkelit lisätään rakeiden (kuten "kipsin, betonin tai laastin") vesilietteeseen. Ko. US-patenttijulkaisussa ei mitenkään siis tehdä ilmeiseksi esillä olevan keksinnön mukaista mikrohiukkasten vesilietettä, joka liete sisältää "noin 1-2 paino-% mikrohiukkasia". Siinä ei myöskään esitetä tai ehdoteta mikrohiukkasia, "jotka tuntuvat kosketeltaessa kuivilta ja sisältävät noin 60-100 painoprosenttia kiintoainetta mikrohiukkasina ja loppuosa on oleellisesti vain vettä".

On myös huomattava, että ko. US-patenttijulkaisussa esitetään ainoastaan partikkelimaisen polystyreenin käyttö.

On myös huomattava ero esillä olevan keksinnön mukaisten polymeerimikrohiukkasten ja ko. US-patenttijulkaisun polymeeripartikkelien välillä siitä syystä, että nämä kaksi materiaalia on tehty eri tavalla. Hienonnuksen tavalla, joka on esitetty ko. US-patenttijulkaisussa, ei pysty tuottamaan esillä olevassa keksinnössä tarvittavan tyyppisiä polymeerimikrohiukkasia. Asia on näin,

koska ko. US-patenttijulkaisun menetelmän on yllä osoitettu tuot-tavan tuotteita, joita ei voi verrata hakijan tuotteisiin eikä se ole sama tai samanlainen kuin hakijan menetelmä (ks. esimerkki 1), jossa käytetään selitysosassa myöhemmin kuvattua laitetta. Esillä olevan keksinnön mukaiseen menetelmään kuuluu vasaramaiset siivet omaavan hienonnuselementin pyörittäminen nopeudella 4700-8000 kier-rosta minuutissa vaahdotettujen polymeerihiukkaskappaleiden sysää-miseksi jatkuvassa vesivirrassa, kun ne jäävät näiden siipien päi-den ja paikallaan pysyvän kaarevan levyn väliin. Tässä suhteessa esillä oleva keksintö eroaa selvästi ko. US-patenttijulkaisussa esi-tetystä keksinnöstä, johon kuuluu laite, jossa on kaksi samansuun-taista telaa, joissa kummassakin on useita vierekkäin hammastettuja pyöreitä levyjä, jotka pyörivät toisiaan kohti ja ottavat kiinni kuivat polymeerihiukkaskappaleet vastakkaisesti hammastettujen le-vyjen kosketuskohdassa, joiden pyörimisnopeus ei ole kriittinen.

Tämä ero ko. US-patenttijulkaisun menetelmän ja laitteen ja esillä olevan keksinnön mukaisen menetelmän ja laitteen välillä on merkittävä, koska hakija oli kokenut ennen tätä keksintöä, että kun tehtiin yritys vähentää ei-hauraan, paisutetun polystyreenin hiukkaskappaleiden koko esillä olevassa hakemuksessa kuvatussa hienonnuslaitteessa, mutta käyttämättä vesivirtaa, tuloksena oli välitön lämmön muodostuminen, savun tulo hienonnuskammioista ja polystyreenin hiukkaskappaleiden fuusio.

On lisäksi huomattava, että esillä olevan keksinnön mukais-ten polymeerimikrohiukkasten käyttöalat ovat täysin erilaiset kuin ko. US-patenttijulkaisun polymeeripartikkelien käyttöalat. Esillä olevan keksinnön mukaista mikrohiukkasten fysikaaliset ominaisuudet, jotka on osoitettu esillä olevan hakemuksen liitteinä olevissa pii-rustuksissa ja kuvattu jäljempänä selitysosassa, tekevät ne käyttö-kelpoisiksi täyteaineina kudoks- tai mattomuodossa olevien lasi-tai selluloosakuittuja olevissa kutomattomissa suodatinväliaineissa. Mikrohiukkaset antavat integrisyyden kudokselle taimatolle, paran-tavat suodattimen kapasiteettia ja pysyttävät siinä kiinteitä ad-sorbenttiaineita, esim. aktivoituja hiilipartikkeleja. Nämä samat fysikaaliset ominaisuudet tekevät keksinnön mukaiset mikrohiukkaset tehokkaiksi suodattimen apumateriaalina. Esillä olevan keksinnön mukaisilla polymeerimikrohiukkasilla on siis enemmän käyttöä ja

laajempi sovellutusalue kuin ko. US-patenttijulkaisun polymeeri-partikkeleilla, joiden esitetty käyttö on toimia täyttöaineena niistä muodostettujen esineiden tiheyden vähentämiseksi. Yllä mainitut, esillä olevan keksinnön mukaisten polymeerimikrohiukkasten käytöt eivät ole ilmeisiä ko. US-patenttijulkaisun perusteella.

DE-hakemusjulkaisussa 14 54 822 esitetty keksintö koskee paisutetun hartsimateriaalin hienonnusta, joka materiaali on jäädytetty haurastumislämpötilansa alapuolelle. Tässä hakemusjulkaisussa ei ole mitään mainintaa esillä olevassa keksinnössä käytettävän tyyppisen ei-hauraan, paisutetun polymeerin lähtöaineen hienontamisesta. Esillä olevassa keksinnössä hienontaminen, ts. koon pienentäminen saadaan aikaan repimisleikkuutoiminnalla hienonnyksessä vastakohtana ko. DE-hakemusjulkaisussa kuvatuksi tapaiselle hauraan polymeerilähtöaineen jauhamiselle. Tämä ero tavassa, jolla koon pienentäminen saadaan aikaan näissä kahdessa menetelmässä, aiheuttaa merkittäviä eroja tuotettujen tuotteiden fysikaalisiin ominaisuuksiin. Hakijan polymeerimikrohiukkasten ainutlaatuiset ominaisuudet on kuvattu yksityiskohtaisesti edellä US-patenttijulkaisun 36 30 820 yhteydessä. Erot vastaavien polymeerituotteiden fysikaalisissa ominaisuuksissa ilmenevät tuotteiden lopullisessa käytössä olevissa eroissa. Ko. DE-hakemusjulkaisun jauhattuja polymeeripartikkeleita käytetään fuusiopäälystysmenetelmissä, kun taas esillä olevan keksinnön mukaisia polymeerimikrohiukkasia käytetään valmistettaessa suodatusväliaineita tai suodatusapuaineita kaasujen tai nesteiden suodatukseen.

Esillä olevan keksinnön mukainen menetelmä on selvästi erotettavissa Fitzpatrick Compnayn tiedonannon n:o 152 esityksistä, koska tämä julkaisu ei sisällä mitään esitetystä niiden vaiheiden järjestyksestä, jotka ovat tunnusmerkillisiä esillä olevan keksinnön mukaisessa menetelmässä ja kuten hakija uskoo, niitä ei ole koskaan aikaisemmin sovellettu joustavaan paisutettuun polystyreeniin tai polyolefiiniin tai mihinkään muuhun paisutettuun termoplastiseen polymeeriin. Täten hakijan käsityksen mukaan keksinnön mukainen menetelmä on uusi vaiheiden yhdistelmä, johon lisäksi liittyy uusia käyttöolosuhteita, vaikkakin siihen kuuluu kaupallisesti saatavilla olevan hienonnykskoneen käyttö. Lyhyesti sanottuna tässä

julkaisussa ei ole mitään, mikä edes kaukaisesti ehdottaisi käyttämään keksinnössä kuvattuja hienonnusmyllyjä tietyllä uusien käyttöolosuhteiden yhdistelmällä, jotka on esitetty esillä olevan hakemuksen patenttivaatimuksissa.

Perusero GB-patenttijulkaisun 922 306 esitysten ja tämän hakemuksen patenttivaatimusten välillä on se, että tämä GB-patenttijulkaisu koskee erityisesti jauhetun polyuretaanivaahdon partikkeleja, kun taas tämän hakemuksen patenttivaatimukset koskevat styreenipolymeerin tai polyolefiinin mikrohiukkasia. Ko. GB-patenttijulkaisussa ei ole mitään ehdotusta siitä, että siinä kuvattuja menetelmiä voitaisiin soveltaa partikkelimaisen tuotteen tuottamisissa muista vaahdotetuista polymeereistä, kuten styreenipolymeereistä tai polyolefiineista, tai että jos niitä siten sovelletaan, syntyisi käyttökelpoinen tuote. GB-patenttijulkaisussa ei missään kohtaa sanota tai edes ehdoteta, että lähtöaineena oleva polyuretaani olisi joustava, vaahdotettu polyuretaani. Viitejulkaisussa pikemminkin toistuvasti todetaan, että lähtöaine on jauhettu jauheeksi. Hakija katsoo, että tämä toistettu viittaus jauhettuun jauheeseen polyuretaaniin osoittaa selvästi, että ko. GB-patenttijulkaisun tuote johdetaan kovasta polyuretaanipolymeeristä. Hakija perustaa kantansa siihen seikkaan, että ainoastaan kovat polyuretaanit voidaan jauhaa jauheeksi, kun taas joustavaa paisutettua polymeeriä ei voida jauhaa näin. Tämän kohdan kuvaamiseksi hakija on tehnyt kokeita, joissa hän ensin syötti noin 5 g kovia polyuretaanikappaleita (keskimääräinen koko välillä 1,27-2,54 cm) 700 ml:aan vettä Waring-sekoittimessa ja sekoittimen toimiessa kierrosluvulla noin 1700 kierrosta minuutissa kaikki kovat polyuretaanikappaleet muuttuivat dispergoituneeksi jauheeksi muutamassa sekunnissa. Toisessa kokeessa kovat polyuretaanikappaleet korvattiin kappaleilla joustavaa polyuretaania, mutta vaikka sekoitinta käytettiin kierrosluvulla 1700 kierrosta minuutissa jopa 10 minuutin ajan, oli mahdotonta murtaa joustavia polyuretaanikappaleita. Nämä kokeet osoittavat, että vaikka on mahdollista tuottaa jauhe kovasta polyuretaanista, näin ei voida tehdä, kun lähtöaineena on joustava polyuretaani. Samanlaisia tuloksia on saatu, kun joustavaa polystyreenivaahtoa on yritetty pienentää samalla tavalla.

Todisteen joustavien vaahdotettujen polymeerien yleisestä vastustuskyvystä koon pienennykseen GB-patenttijulkaisussa 922 306 kuvatuilla menetelmillä tarjoaa GB-patenttijulkaisu 1 194 492, jossa todetaan sivulla 2 riveillä 37-54 seuraavaa:

"Esillä olevan keksinnön suodatinmateriaali käsittää partikkelimaista kovaa polyuretaania, joka on olennaisesti vailla solurakennetta ja joka edullisessa suoritusmuodossa koostuu rakeista, jotka ovat rosoisia, piikkisiä ja epätasaisia. ... Keksinnössä vaaditut kovat polyuretaanit ovat tunnettuja siitä, että niiltä puuttuu olennaisesti elastisuus ja että ne voidaan helposti muuttaa pieniksi partikkeleiksi käyttämällä tavanomaista granulointilaitetta. Tämä on toisin kuin pehmeillä polyuretaaneilla, jotka käyttäytyvät kuten elastomeeriset materiaalit ja joita ei voi tehdä partikkeleiksi näissä olosuhteissa".

Kuvaus "tavanomaisesta granulointilaitteesta" (GB-patenttijulkaisu 1 194 492, sivut 4, rivit 39-48) voisi kuvata myös GB-patenttijulkaisussa 922 306 käytettyä hienonnukslaitetta.

Se seikka, että GB-patenttijulkaisussa 922 306 ei esitetä veden käyttöä viettäessä tuotetta Cumberland-myllystä Fitz-myllyyn, osoittaa edelleen, että ko. viitejulkaisussa käytetyn polyuretaanin täytyy olla kovaa. Tämän vastakohtana esillä olevan hakemuksen selitysosassa toistuvasti korostetaan, että lähtöaineena olevan joustavan polymeerivaahdon hienonnuks pitää suorittaa jäähdytysnesteessä läsnäollessa, jotta estetään kohonneen lämpötilan haitalliset vaikutukset polymeerilähtöaineeseen.

Tarkasteltuna (a) esimerkiksi 161-kertaisella suurennuksella (läpivalaisulla; kuvio 1) keksinnön mukaiset mikrohiukkaset näyttävät satunnaisesti järjestäytyneiden kuitujen kimpuilta ja (b) pyyhkäisyelektronimikroskoopissa (lyhennettynä SEM) 360- ja 380-kertaisilla suurennuksilla (kuviot 4 ja 13) ne näyttävät paljon kirjoituspaperin epäsäännöllisten palasten kaltaisilta, joita olisi erikseen karkeasti puristettu kädessä ja annettu sitten ponnahtaa takaisin siinä määrin kuin on mahdollista kimmoisuudesta johtuen sen jälkeen kun paine on vapautettu avaamalla käsi.

Tarkempi SEM-tutkimus muilla suurennuksilla, kuten (i) 1800-kertaisella suurennuksella (kuvio 3) osasta samaa näytettä, jota on kuvattu kuviossa 4, osoittaa muodostelmia, jotka näyttävät olevan

erilleen levitettyjä ja vääntyneitä murtuneiden aitausten ääri-
viivoja, jotka ennen murtumista olivat kennojen heksagonaalisten
ja pentagonaalisten poikkileikkausten muodostama levitetty huna-
jakennojärjestelmä, (ii) 4000-kertaisella suurennoksella (kuvio 2)
osoittaa niiden näyttävän paljon satunnaisesti erilleen levinneiden
ja osittain toisiaan peittävien, ei aivan täysin avonaisten ruusun-
terälehtien kaltaisilta. Muut SEM-suurenukset, jotka vaihtelevat
500-kertaisesta suurennuksesta 5000-kertaiseen suurennukseen, osoit-
tavat mikrohiukkasten muistuttavan erittäin pieniä korallimuodos-
telmia (ainakin kuviot 7-9), tai olevan aaltomaisessa ulkomuodossa
(suurennettuna 1000-kertaisesti, kuvio 10) tai jonkin verran poi-
muuntuneessa uranmuodossa (suurennettuna 10 000-kertaisesti kuviot
11 ja 14 tai 20 000-kertaisesti, kuviot 12 ja 15).

Ilmaisu "styreenipolymeeri" käsittää ei vain itse polystyree-
niä, vaan myös minkä tahansa polymeroituvien substituotujen styree-
nien kestumuoviset polymeerit kuin myös styreenin kopolymeerit yh-
den tai useamman muun yhteensopivan, polymeroituvan aineen, kuten
ydinalkyloitujen tai -halogenoitujen styreenien, kuten rengasme-
tyyli- tai -kloorisubstituotujen styreenien tai jopa alfa-metyyli-
styreenin kanssa, tai akryylihapon beeta-tyydyttämättömien esterei-
den, eettereiden, amidien tai nitriilien ja niiden alfa-asemasta
alkyloitujen homologien, alifaattisten ja aromaattisten karboksyy-
lihappojen vinyyliestereiden, N-vinyylkarbatsolin, N-vinyyli-imi-
datsolin tai N-vinyylipyrrolidonin N-vinyyliyhdisteiden kanssa.

Tällaisten kestumuovisten styreenin kopolymeerien tulisi
tavallisesti sisältää vähintään n. 50 paino-% styreeniä tai se
voi olla pääkomponentti tai ainakin vallitsevuudeltaan yhtä suuri
minkä tahansa terpolymeerin jonkin muun enemmässä määrin esiintyvän
komponentin kanssa. Styreenin kopolymeereihin kuuluvat myös kaikki
erilaiset iskunkestoiset polystyreenit, jotka sisältävät suurimmak-
si osaksi styreeniä ja pienehkön osan styreenibutadieenikumia (ta-
vallisesti käytetään nimitystä SBR, josku nimitystä Buna-S), esim.
sellaista, jota saadaan emulsipolymeroimalla n. 75 osaa butadieeniä
ja n. 25 osaa styreeniä. Niinpä styreenipolymeereihin kuuluvat myös
polystyreenin styreeniseokset (so. paine- tai sulaseokset) muiden
yhteensopivien, yleensä etyleenisesti tyydyttämättömien monomeerien
polymeerien kanssa.

Sanonta "polyeteeni" ja ilmaisu "paisutettu polyeteeni" tai "eräs polyeteeni" tarkoittavat molekyyllipainoltaan suuria (vähintään 6000) tuotteita ja ne käsittävät yleensä matala-tiheyksisen polyeteenin (ominaispaino alle 0,92), suurtiheyksisen polymeerituotteen (ominaispaino yli 0,94, yleensä 0,941-0,965) ja keskitiheyksisen polymeerituotteen (suur- että pientiheyksisten polymeerituotteiden seos) kuin myös kyllästyskelpoisen polyeteenin (esim. suulakepuristetun, polyeteeniä ja 10 % polystyreeniä sisältävän sulaseoksen, jota voidaan kutsua "polyeteeni-polystyreeniseokseksi"), jotka kaikki ovat saatavissa hiutaleina tai polystyreenirakeita muistuttavina kuutioina.

Sanonta "hiukkaskappaleet" käsittää kaikkien styreenipolymeerien ja kaikkien polyolefiinien, polyeteenistä polymetyylipenteeniin, mitkä tahansa erilliset, vapaasti valuvat muodot, kuten rakeiden eri koot, jotka on tehty leikkaamalla vastaava suulakepuristettu polymeeri pieniksi pituuksiksi, joita tavallisesti kutsutaan rakeiksi tai kristalliksi (kuten styreenipolymeerin kyseessä ollen) tai polyeteeni-polystyreeniseoksen rakeet tai kuutiot, styreenipolymeeripallosten eri koot, jotka on saatu suspensiopolymeroinnista tai muulla tavoin, kuten valamalla hiukkasia, jotka on saatu hienontamalla mitä tahansa näistä eri polymeerimuodoista, ja niin kutsutun "jauheen", joka käsittää karkeasti jauhetun valedun polymeerin tai jätteen tai muun tällaisen polymeerin hylkyosa (kooltaan vaihtelevan, esim. paksuus 3,2 mm, leveys 6,4 mm ja pituus 9,5 mm) ja mitkä tahansa kaikkien näiden muut pienikokoiset muodot.

Paisutettavat styreenipolymeerin hiukkaskappaleet voidaan valmistaa sopivilla tunnetuilla menetelmillä, esimerkiksi valmistamalla paisutettavia styreenipolymeerin hiukkaskappaleita US-patenttijulkaisussa 2983692 selostetulla tavalla. Paisutettava polyeteeni-styreeniseos voidaan valmistaa samalla tavoin.

Paisutetut styreenipolymeerin hiukkaskappaleet voidaan valmistaa paisutettavasta polystyreenistä sopivilla tunnetuilla menetelmillä. Eräs menetelmä paisutettujen styreenipolymeerien hiukkaskappaleiden valmistamiseksi on kuumentaa niitä esimerkiksi ilmalla tai höyryllä kuten on selostettu US-patenttijulkaisussa 2983692 (palsta 4, rivit 65-69), tai kuumentamalla "lämpötilaan, joka on

styreenipolymeerin pehmenemispisteen yläpuolella", kuten on selostettu US-patenttijulkaisussa 3001954 (palsta 3, rivit 20-23). Katso myös US-patenttijulkaisua 3259594 (palsta 2, rivit 24-27). Paisutetut polyeteeni-polystyreeniseoksen hiukkaskappaleet voidaan valmistaa samalla tavoin.

Polyeteenin, polypropeenin, polybuteenin tai polymetyyli-penteenin paisutetut hiukkaskappaleet voidaan tuottaa valmistamalla vastaava paisutettu polyolefiini sopivilla tunnetuilla menetelmillä, joihin kuuluu kemiallisen vaahdotusaineen (niin kutsutun pneumatogeenin, joka on tavallisesti monimutkainen, tyypeä sisältävä orgaaninen yhdiste, joka hajaantuu suulakepuristuslämpötilassa vapauttaen tyypeä) liittäminen kyseessä olevaan polyolefiiniin (ennen sen suulakepuristusta) suulakepuristuslämpötilan ollessa säädetty niin, että pneumatogeeni hajaantuu kun polyolefiini poistuu suulakepuristuslaitteen poistoaukosta, kuten on lyhyesti kuvannut Allan L. Griff. *Plastics Extrusion Technology*, Reinhold Publishing Corp., New York. N.Y. (1968) sivulla 221, ja pienentämällä paisutetut polyolefiinit hiukkaskappaleiksi leikkaamalla tai muulla tavoin.

Tiettyjä tämän keksinnön mukaisten mikrohiukkasten fysikaalisia piireitä esitetään kuivien mikrohiukkasten mikrovalokuvilla liitteenä olevissa kuvioissa 1-15, joista kuviot 1-9, 14 ja 15 ovat polystyreenimikrohiukkasten ja kuviot 10-13 ovat matalatiheyksisten polyeteenimikrohiukkasten kuvia, joista kuviosta

kuvio 1 on mikroskooppivalokuva otettuna 161-kertaisella suurennuksella ja käyttämällä läpivalaisua;

kuvio 2 on SEM-valokuva mikrohiukkasista otettuna 4000-kertaisella suurennuksella;

kuvio 3 on SEM-valokuva otettuna 1800-kertaisella suurennuksella suunnilleen siitä alueesta, joka muodosti kuviossa 4 nähdyn vasemman alaneljänneksen;

kuvio 4 on SEM-valokuva otettuna 360-kertaisella suurennuksella;

kuvio 5 on mikroskooppivalokuva otettuna 100-kertaisella suurennuksella;

kuvio 6 on SEM-valokuva otettuna 500-kertaisella suurennuksella siitä alueesta, joka muodosti kuvion 5 hahmotellun keskiosan;

kuvio 7 on SEM-valokuva otettuna 1000-kertaisella suurennuksella alueesta, joka muodosti kuvion 6 hahmotellun osan;

kuvio 8 on SEM-valokuva otettuna 2000-kertaisella suurennuksella alueesta, joka muodosti kuvion 7 etualalla oikealla olevan osan;

kuvio 9 on SEM-valokuva otettuna 5000-kertaisella suurennuksella ja se esittää aluetta, joka näkyi kuvion 8 oikeassa alaneljänneksessä;

kuvio 10 on SEM-valokuva otettuna 1000-kertaisella suurennuksella polyeteenimikrohiukkasista ja ilmeisesti kohdasta, joka muodosti kuvion 13 oikean yläneljänneksen vasemmassa alaneljänneksessä olevan alueen;

kuvio 11 on SEM-valokuva otettuna 10 000-kertaisella suurennuksella ja sulkee sisäänsä kaltevan rinteen alueen, joka nähdään suunnilleen kuvion 10 keskellä;

kuvio 12 on SEM-valokuva otettuna 20 000-kertaisella suurennuksella ja joka peittää kaltevan rinteen alueen, joka nähdään pienemmällä suurennuksella suunnilleen kuvion 11 keskellä;

kuvio 13 on SEM-valokuva otettuna 380-kertaisella suurennuksella samoista polyeteenimikrohiukkasista, joita on kuvattu myös kuvioissa 10-12;

kuvio 14 on SEM-valokuva otettuna 10 000-kertaisella suurennuksella polystyreenimikrohiukkasista; ja

kuvio 15 on SEM-valokuva 20 000-kertaisella suurennuksella kuviossa 14 esitetyn polystyreenimikrohiukkasten kaltevan rinteen osasta.

Kuvio 16 on kaavamainen esitys systeemistä, jolla poistetaan vettä keksinnön mukaisista mikrohiukkasista, jotka saadaan hienonuskoneesta poistuvasta vesilietteestä, kun mikrohiukkasia tuotetaan paisutetusta lähtöpolymeeristä (kuten kuvataan täydellisemmin välittömästi alla olevan esimerkin 2 jälkeen).

Keksinnön mukaiselle menetelmälle mikrohiukkasten valmistamiseksi paisutetusta kestumuovipolymeeristä on tunnusomaista, että

a) paisutetun kestumuovipolymeerin paisutettuja hiukkaskappaleita ja vettä syötetään rajoitettuun hienonussvyöhykkeeseen, jossa on siihen johtava syöttöaukko, poistoalue ja useita toisis-

taan erilleen sijoitettuja törmäyspintoja, jotka on asetettu pyörivästi hienonnusvyöhykkeeseen syöttöaukon ja poistoalueen väliin, joka poistoalue muodostuu useista hajallaan olevista aukoista, jotka vaihtelevat oleellisesti pyöreistä aukoista, joiden halkaisija on n. 0,102-3,175 mm, oleellisesti suorakulmaisiin aukkoihin, joiden leveys on n. 0,254-3,175 mm ja pituus n. 3,81-12,7 mm, ja jotka aukot on järjestetty kaarimaiseen seulontajärjestykseen ja sijoitettu säteen suunnassa törmäyspintojen suhteen siten, että törmäyspinnat eivät törmää mainittuihin aukkoihin; ja

b) paisutetun kestopuovipolymeerin hiukkaskappaleet ja vesi pakotetaan hienonnusvyöhykkeessä kehämäistä reittiä pitkiä toistuvasti törmäämään törmäyspintoihin, jotka pyörivät nopeudella noin 4700-8000 kierr./min, ja samalla paisutetut kestopuovipolymeerihiukkaskappaleet johdetaan törmäyspintojen avulla poistoalueen aukkojen reunasärmiä vastaan, jolloin paisutetut kestopuovipolymeerihiukkaskappaleet hienonnetaan toistuvasti repimällä, murtamalla ja leikkaamalla mikrohiukkasia mainituista hiukkaskappaleista, jolloin vettä lisätään syötössä paisutetun kestopuovipolymeerin hiukkaskappaleisiin siten, että hienonnusvyöhykkeen lämpötila pysyy sen lämpötilan alapuolella, jossa mainittujen paisutettujen kestopuovipolymeerihiukkaskappaleiden hajoaminen tapahtuu; ja mahdollisesti:

c) mikrohiukkaset poistetaan hienonnusvyöhykkeestä niiden vesilietteenä, joka sisältää vähintään yhden prosentin mikrohiukkasia kiintoaineena, ja mikrohiukkasten liete tyhjäsuodatetaan lietteen kiintoainepitoisuuden nostamiseksi vähintään 16 painoprosenttiin; tai

d) mikrohiukkaset poistetaan hienonnusvyöhykkeestä niiden vesilietteenä; lietettä levitetään jatkuvasti liikkuvan, jatkuvan, vettä absorboimattoman reiällisen materiaalin ensimmäisen levyn pinnalle, jotta tälle ensimmäiselle pinnalle aikaansaataisiin poistettavasti tarttuva, jatkuva, osittain kuivattujen mikrohiukkasten kerros; ensimmäisen reiällisen materiaalin toiselle pinnalle kohdistetaan imu, jotta osa mikrohiukkasten kerroksessa olevasta vedestä poistuisi materiaalin läpi; mikrohiukkasten kerroksessa alunperin paljas pinta peitetään vettä absorboimattoman reiällisen materiaalin toisella liikkuvalla jatkuvalla levyllä, jotta aikaan-

saataisiin mikrohiukkasten kerroksen liikkuva kerrosrakenne reiällistä materiaalia olevien levyjen vastakkain olevien pintojen väliin; kummankin reiällistä materiaalia olevan levyn paljas pinta peitetään jatkuvalla vettä absorboivalla materiaalilevyllä, jonka materiaalilevyn vettä absorboiva affiniteetti on voimakkaampi kuin se pintajännitys, joka pidättää vettä mikrohiukkasissa; saatu viisikerroksinen kokoonpano johdetaan painetelaparin vastakkaisten telojen välisen kosketuskohdan läpi, jotka telat on asennettu aikaansaamaan viisikerroksiseen kokoonpanoon riittävä paine lisäämään merkittävästi vettä absorboivan materiaalilevyn mikrohiukkasten kerroksesta vettä absorboivaa vetovoimaa; ja mikrohiukkaset poistetaan reiälliseltä materiaalilevyiltä, kun viisikerroksisen kokoonpanon peräkkäiset osat poistuvat paineteloilta, jolloin aikaansaadaan mikrohiukkastuote, joka sisältää noin 50-90 painoprosenttia mikrohiukkasten kiintoainetta.

Edullisesti kaarimaisen seulontajärjestykseen järjestettyjen aukkojen ja törmäyspintojen väli on noin 0,508-1,061 mm.

Näiden styreenipolymeerin tai polyolefiinin (polyeteenistä polymetyylipenteeniin) mikrohiukkasten valmistus ja näin ollen myös keksinnön mukainen menetelmä voidaan toteuttaa hajottamalla kyseiset lähtöaineena olevat, paisutetun styreenipolymeerin tai polyolefiinin hiukkaskappaleet hienonnuskoneessa (kuten siinä, jonka on valmistanut Fitzpatrick Company, 823 Industrial Drive, Elmhurst, Illinois 60126 U.S.A. heidän tiedonantonsa n:o 152, julkaisuoikeus 1968, mukaisesti) käyttäen avarrettuja kiinteitä teriä (joista käytetään ko. tiedonannossa nimitystä "Code DS-225") terien tai muiden hienonnusosien tilalla asennettuna pyörimään hienonnuskammiossa malli DAS06, jotka molemmat esitetään ko. tiedonannon sivulla 5. Tämä kammiot on nestetiiviisti suljettu esimerkiksi kannella, jollainen esitetään merkinnöillään Code M44D6 tai Code MA44D6 (tiedonannon 152 sivun 3 yläosa).

Ko. mallia DAS06 oleva hienonnuskammio on vaakasuoralta poikkileikkaukseltaan suorakulmainen ja siinä on pari vastakkaisia yhdensuuntaisia, täysin pystysuoria seinämiä, jotka on koonaan liitetty kummankin vastakkaisesta päästä erillisiin kappaletsiin parista vastakkaisia pystysuorassa kaarevia seinämiä, joiden molempien kupera pinta on ulospäin.

Kuusitoista samanlaista, liuskanmuotoista hienonnussiipeä on erikseen irroitettavasti, mutta kiinteästi tuettu tiiviisti toinen toisensa vieressä oleviin kantoihinsa, jotka ympäröivät ja on ruuvattu kiinni käyttöakselille ja sen vapaiden ulkokiinnityspäiden puoliväliin. Nämä siivet jatkuvat säteen suunnassa akselilta (esim. 127 mm sen keskiakselilta jokaisen siiven ulkokerkeeseen), jolloin ensimmäisestä siivestä alkaen joka neljäs siipi (1., 5., 9. ja 13. siipi) jatkuu vaakasuorassa kohti kaarevaa seinämää, toisen siivestä alkaen joka neljäs siipi (2., 6., 10. ja 14. siipi) jatkuu pystysuoraan, kolmannesta siivestä alkaen joka neljäs siipi (3., 7., 11. ja 15. siipi) jatkuu kohti toista kaarevaa seinämää ja neljännessä siivestä alkaen joka neljäs siipi (4., 8., 12. ja 16. siipi) jatkuu pystysuoraan alaspäin.

Jokainen siipi on poikkileikkaukseltaan suorakaiteen muotoinen tasossa, joka kulkee akselitangon akselin ja ko. siiven ja jokaisen siitä 180° :n päässä olevan siiven koko pituuden läpi. Jokaisen siiven ulkopää on suorassa kulmassa kahden leveämmän sivun kanssa (leveys 25,4 mm), ja sen kapeampi tai törmäyssivu (leveys 9,525 mm) on kohti pyörimissuuntaan. Myös tämä kapea sivu on suorassa kulmassa näiden kahden leveämmän sivun kanssa, jotka ovat yhdensuuntaisia suurimmalta osalta leveyttään ja joiden pintojen ulommat kolmannekset kapenevat toisiaan kohti ja muodostavat loppupäässään veitsenterän.

Akselin kumpikin paljaana oleva vapaa pää ulottuu vastaavan tiivistysholkin läpi, joka on pystysuorassa seinämässä, edelleen laakerin läpi, jota kannattaa vastaava vaapputuki, joka on kiinnitetty koneen perustukseen ja sijoitettu erilleen ulospäin vastaavasta seinämästä. Vetopyörä on asennettu akselin kumpaankin päähän, joka jatkuu ulospäin vastaavasta kiinnitysvaapputuesta.

Hienonnuskammion pohja on vaihdettava, kourun muotoinen, kaareva seula, jonka kuperasti alaspäin kaareutuva sisähalkaisija (käyttöakselin keskiakselilta mitattuna) on yhtä pitkä kuin hienonnussiiiven pituus ja välyys (0,762 mm) yhteensä. Seulan suorakulmaisella kokonaisympärysaucolla on sellaiset mitat ja muoto, että se tekee mahdolliseksi sen kiinnittämisen poistettavasti nestetiiviiseen kosketukseen hienonnuskammion neljän seinämän pohjan kanssa.

Seulassa on porrastetut rivit esimerkiksi pyöreitä reikiä, joiden halkaisija vaihtelee välillä 0,102-3,175 mm ja ne on sijoitettu toinen toisensa viereen siten, että niiden välit ovat riittävät, jotta seula kestäisi käyttöolosuhteissa.

Lukuunottamatta lähtöaineelle tarkoitettua syöttösuppilon syöttöaukkoa kammion kannen toisella sivulla, on muu osa kammion kuoresta kaarevaa ja ylöspäin kuperaa säteen (käyttöakselin keskiakselilta mitattuna) ollessa riittävä, jotta pyöriville siiville jäisi 0,762 mm:n välitys useiden (esim. kolmen) esileikkaustankojen (n. 20,32 cm pitkät ja 6,35 mm leveät) sisäänpäin olevilta pinnoilta, jotka tangot työntyvät 3,175 mm matkan pitkin koko pituuttaan hienonnuskammion sisäpuolelle ja jotka jatkuvat toisistaan erillään ja yhdensuuntaisina käyttöakselin keskiakselin kanssa.

Käyttöakselilla oleva vetopyörä on liitetty vetohihnaan moottorin akselin vetopyörään ja sitä voidaan käyttää nopeudella n. 4700-8000 kierrosta/min ja tehokkaammin nopeudella noin 5000-7500 kierrosta/min.

Keksinnön mukaiset mikrohiukkaset ovat käyttökelpoisia esimerkiksi virtaavien aineiden, sekä nesteiden että kaasujen suodatuksessa ja parantamisessa. Tällöin esimerkiksi sekoitetaan valittuja styreenipolymeeri- tai polyolefiinimikrohiukkasia käsiteltävän nesteeseen ja sen jälkeen ne suodatetaan pois, tai käsiteltävä neste suodatetaan mikrohiukkaskerroksen läpi.

Polymeerimikrohiukkaset poistavat tällöin näkymättömän liuenneen tai näkymättömästi suspendoituneen orgaanisen materiaalin nesteestä, joka tavallisesti kestää tämän käsittelyn jälkeen pitkänkin seisotuksen.

Asian kuvaamiseksi 473,2 cm³ Matawan'in, New Jersey, U.S.A. vesijohtovettä suodatettiin Whatman no. 2-suodatinpaperin läpi ensimmäiseen puhtaaseen 946,3 cm³:n Mason-tölkkiin, joka sitten suljettiin tiiviisti. 0,4 g mikrohiukkasia (valmistettu paisuteista polystyreenimikrokappaleista) kostutettiin n. 20 cm³:llä tätä samaa vesijohtovettä ja sekoitettiin 473,2 cm³:in vesijohtovettä ja suodatettiin sitten toisen Whatman no. 2-suodatinpaperin läpi samanlaiseen toiseen puhtaaseen 946,3 cm³:n Mason-tölkkiin ja suljettiin tiiviisti.

Viikkoa myöhemmin lievä keltainen huntu havaittiin ensimmäisessä tölkissä, mutta toisessa tölkissä oleva vesi (johon oli sekoitettu mikrohiukkasia) oli yhtä täysin kirkas. Ensimmäisessä tölkissä olevan hunnun määrä ja tiheys kasvoi, mutta laskeutui myöhemmin tölkin pohjalle kolme kuukauden tarkastelujakson aikana. Kuitenkin vesi, joka oli suodatettu polystyreenimikrohiukkasten läpi toiseen tölkkiin oli yhä täysin kirkas.

Esimerkkinä käytöstä kaasumaisen virtaavan aineen muodostuksessa ja parantamisessa näitä polymeerimikrohiukkasia voidaan myös käyttää täytteenä ilmasuodattimissa sekoittamalla niitä sopiviin paperinvalmistuskuituihin ja valmistamalla niistä levyjä ladattavaksi ilmasuodatinkehysiin.

Vertailukelpoiset nesteet ja kaasun suodatustulokset aikaansaadaan polyeteenin mikrohiukkasilla. Muiden polyolefiinien mikrohiukkaset ovat samalla tavoin käyttökelpoisia.

Jotkut keksinnön mukaisten polymeerimikrohiukkasten erät, jotka on valmistettu esimerkiksi yllä kuvatulla hienonnuskoneella käyttäen seulaa, jossa on jonkin kokoiset pyöreät reiät, sisältävät niitä saataessa vaihtelevia määriä hyvin pienestä määrästä, joskus jopa n. 20 %:n kuitumaisia hiukkasia, jotka ovat kooltaan vielä pienempiä kuin yllä aikaisemmin kuvatut hiukkaset; leveys esimerkiksi on vain 15 μm tai 10 μm . Yleensä näiden pienempien hiukkasten läsnäolo ei todennäköisesti tuo mukanaan mitään haittaa siinä nimenomaisessa käytössä, jossa mikrohiukkasista on määrää hyötyä.

Kuitenkin tarpeen vaatiessa nämä pienemmät hiukkaset voidaan poistaa suodattamalla käytettävissä olevalla seulonnalla tai muulla sopivalla keinolla, esimerkiksi suuritehoisella sentrifugisihdillä, jonka valmistaja on Kason Corporation, Newark, New Jersey, U.S.A. Tämä käsittää mikrohiukkasten tasaisen syötön syöttöruuvi-purkauksella kierukkamaiseen siipeen, joka pyörii vaakasuoraan sijoitetussa sylinterimäisessä sihtikammiossa, jossa keskipakoisvoima kiihdyttää mikrohiukkas-kappaleiden liikettä seulaa vasten, joka on kiinnitetty sitä tukevaan koriin tavalla, joka sallii istukan värähdellä vapaasti.

Keksinnön mukaista menetelmää toteutettaessa käyttöolosuhteet saattavat aiheuttaa sen paisutetun styreenipolymeerin tai

polyolefiinien hiukkaskappaleiden panoksen lämpötilan nousun, jota hajotetaan hienonnusvyöhykkeessä. Tämä saattaa olla merkittävämpää eräillä styreenipolymeereilla kuin muilla niin, että joillakin niistä lämpötilan nousu saattaa saavuttaa sellaisen tason, että siinä ja sen yläpuolella styreenipolymeerin hiukkaskappaleet eivät helposti tai tyydyttävästi repeytyisi tai leikkautuisi kyseessä olevissa käyttöolosuhteissa ja mahdollisesti niillä olisi pyrkimys venyä tai muulla tavoin muuttaa käsiteltävän materiaalin reaktiota ja näin vaikuttaa haitallisesti lähtöhiukkaskappaleiden haluttuun repeytymiseen tai leikkautumiseen tai siihen, joka jo on repeytynyt tai leikkautunut niistä. Tätä on syytä välttää esimerkiksi syöttämällä enemmän vettä hiukkaskappaleiden mukana.

Hienontimesta poistuvat valmiit hienonnetut polymeerimikrohiukkaset kykenevät pidättämään vettä määrän, joka on mahdollisesti n. 40-50 kertaa niiden kuivapaino, ja näin muodostamaan pidättämänsä veden kanssa ei-juoksevan muovimassan, jota voidaan muotoilla ja valssata ilman että se muuttuu juoksevaksi. Vesi ei poistu tästä massasta valuttamalla tai tavallisella suodatuksella, vaan vedenpoisto vaatii painetta tai imua, mutta silti massaan jää huomattava määrä vettä. Esimerkiksi jokin korkea paine pienentää massan vesipitoisuuden vain n. 50 prosenttiin.

Hienonnuskammioon syötetyn vesimäärän tulee täten olla vähintään riittävä, jotta veden ja tuotettujen polymeerimikrohiukkasten seos olisi tarpeeksi juokseva valuakseen helposti hienontimen seulapohjan aukkojen läpi. Vettä olisi käytettävä määrä, joka on n. 55-100 kertaa tuotettujen paisutettujen styreenipolymeerimikrohiukkasten paino.

On myös edullista sekoittaa lähtöaineena olevia paisutetun styreenipolymeerin tai polyolefiinin hiukkaskappaleita riittävään määrään vettä niiden avointen pintojen kostuttamiseksi oleellisesti täysin ennen niiden syöttämistä hienonnuskammioon.

Keksinnön mukaisen menetelmän toteutukselle on myös edullista, että törmäyspinnat ajavat hiukkaskappaleita hienonnusvyöhykkeessä vuorotellen (i) kohti ja vasten vähintään yhden esileikkauspinnan (vähintään yhden edellä kuvatun esirepimistangon) kulmikkaita reunoja, jotka on asetettu perifeerisesti erilleen poistoalueen

aukoista ja säteen suunnassa samalla tavoin irti mainituista törmäyspinnoista kuin mainitut aukot, ja sitten (ii) kohti ja vasten mainittuja aukkoja.

On myös edullista, että törmäysvarret on akselin suunnassa asetettu irti toisistaan ja tiettyyn kulmaan toistensa suhteen.

Joissakin käyttötarkoituksissa, joissa näitä styreenipolymeri- tai polyolefiinimikrohiukkasia on tarkoitus hyödyntää, niitä voidaan käyttää sen veden kanssa, jonka ne pidättävät tai minkä tahansa pienemmän vesimäärän kanssa, joka säilyy niissä sen jälkeen, kun on käytetty joko painetta tai tyhjää tai molempia sen halutun vesimäärän poistamiseksi niistä, joka tällä tavoin voidaan poistaa.

Eräs tapa poistaa jäljellä oleva vesi silloin, kun halutaan saada kuivia mikrohiukkasia, on pakastaa tuote, jossa on vielä jäljellä vesipitoisuutta paineella ja/tai tyhjiöllä tapahtuneen osittaisen poiston jälkeen. Tämän jälkeen jäätyneet mikrohiukkaset jätetään sulamaan tai niitä kuumennetaan, jotta saavutettaisiin juuri jäätympisteeseen yläpuolella oleva lämpötila tai ympäristön lämpötila, jossa vielä säilynyt vesi sitten valuu vapaasti pois. Kun kaikki se vesi, joka voi valua, on poistunut, jäljellä oleva vesi voidaan pusertaa ulos ja/tai poistaa tyhjiöllä, mitä seuraa lopullinen kuivaus.

Toista ja käytännöllisempää tapaa hienontimesta poistettujen mikrohiukkasten pidättämän veden poistamiseksi kuvataan tarkemmin alla piirrosten kuviossa 16 esitetyn systeemin kuvauksen yhteydessä.

Keksintöä kuvataan seuraavilla eismerkeillä.

Esimerkki 1 - Mikrohiukkasia paisutetuista, suulakepuristetuista polystyreenirakeista

425 litraa paisutusaineella kyllästettyjä, suulakepuristettuja polystyreenirakeita (kristalli), jotka oli paisutettu n. 63,5-12,7 mm:n oleellisesti pyöreiksi rakeiksi, joiden irtopainotiheys oli 12 g/l, hienonnettiin edellä kuvatussa Fitzpatrick Companyn valmistamassa hienonnuskoneessa "DS-225", joka oli varustettu syöttölaitteella, jonka halkaisija oli 10,16 cm ja pituus 7,62 cm ja kaarevalla pohjaseulalla, jonka reikien halkaisija oli 0,1016 mm.

Roottori säädettiin nopeudelle 6000 kierrosta/min ja syöttölaite säädettiin panostamaan paisutettuja polystyreenihiukkaskappaleita 35,4 l joka viides minuutti (so. 425 l/h). Syöttölaitteeseen panostettavat, lähtöaineena olleet paisutetut polystyreenihiukkaskappaleet kostutettiin riittävällä vesimäärällä niiden ulkopintojen kostuttamiseksi oleellisesti täysin. Näin kostutettuja, paisutettuja polystyreenihiukkaskappaleita panostettiin syöttölaitteeseen jatkuvasti 35,4 litraa joka viides minuutti, samalla kun vettä ruiskutettiin hienonnuskammioon kahden halkaisijaltaan 1,6 mm:n suihkusuuttimen läpi 7,57 l/min.

Hienonnuskammion seulapohjalta poistuvien paisutettujen polystyreenimikrohiukkasten seos kerättiin avoimiin rumpuihin, joissa oli pohjatyhjennysphanat ja joissa vapaa vesi lasketui pohjalle ja polystyreenimikrohiukkaset ja niiden pidättämä vesi (suhteessa 2 osaa mikrohiukkasia 98 osaa kohti vettä) nousi vapaan veden pinnalle loukkuun jääneen ilman vaikutuksesta. Vapaa vesi laskettiin pois, jolloin jäljelle jäi paisutettujen polystyreenimikrohiukkasten muovailtava massa, joka sisälsi fysikaalisesti sitoutuneen veden. Muovailtava massa painoi 255,15 kg, josta 5,1 kg mikrohiukkasia ja 250,05 kg sidottua vettä.

27,24 kg muovailtavaa massaa, joka asetettiin suljettuun kudottuun kaksoispuuvillapussiin, saatettiin paineen alaiseksi, kunnes 22,71 l vettä oli puristunut ulos. Jäljelle jäänyt 4,08 kg:n massa, joka sisälsi 544 g paisutettuja polystyreenimikrohiukkasia, kuivattiin sitten avoimessa vadissa uunissa, jota pidettiin 43^oC:ssa.

Tässä vaiheessa esimerkiksi puhtaasta, tiheyden 1,1 omaavasta polystyreenistä valmistetuista paisutetuista polystyreenihiukkaskappaleista, esimerkin mukaisella tavalla valmistettujen mikrohiukkasten tiheys oli 1,0. Tämä on 90,0 % alkuperäisten lähtöpolystyreenirakeiden tiheydestä. Keksinnön mukaisten kuivien mikrohiukkasten tiheys on näin ollen oleellisesti sama kuin styreenipolymeerilla, josta valmistettiin paisutettu styreenipolymeeri, jota puolestaan käytettiin lähtöaineena keksinnön mukaisten mikrohiukkasten valmistuksessa.

Esimerkki 2 - Paisutettu, kyllästetty polystyreenijäte:

2,54 cm:n palasia kyllästettyä polystyreenijätettä, jonka irtopainotiheys oli 16 g/l käsiteltiin samoilla vaiheilla kuin esimerkissä 1, mutta syötettiin nopeudella 28,32 l kuudessa minuutissa ja roottorin nopeudella 6500 kierrosta/min. Saatiin samalla tavoin muovailtava massa kuin esimerkissä 1 paitsi, että massalla oli vaaleampi harmahtava vaaleanpunainen sävy kuin pääosalla kyllästettyä lähtöainetta.

Esimerkkien 1 ja 2 lähtöaineina olleiden paisutettujen polystyreenihiukkaskappaleiden korvaaminen jollakin muulla määrällä jotakin muuta tiheyttä olevia, puhtaan tai jäte-paisutetun polystyreenin tai jonkin paisutetun styreeni-akryylinitriilikopolymeerin tai jonkin muun paisutetun styreenipolymeerin tai jonkin yllä kuvatun, tässä käyttökelpoisen polyolefiinin hiukkaskappaleita ja jomman kumman näiden esimerkkien vaiheiden vastaava toistaminen erikseen samoilla tai jonkin verran eri vesimäärillä tai eri roottorinopeudella, saa aikaan vastaavia, suhteellisen samanlaisia jonkin verran muun paisutetun styreenipolymeerin tai jonkun paisutetun, yllä kuvatun, tässä käyttökelpoisen polyolefiinin mikrohiukkasia.

Korvaamalla yllä kuvatun hienontimen seulapohja seulalla, jolla on samat kokonaismitat, mutta jossa sensijaan on 12,7 mm pitkien ja 0,254 mm leveiden suorakulmaisten aukkojen muodostama kalanruotojärjestys, ja käyttämällä näin muutettua hienonninta esimerkkien 1 ja 2 toistamiseen tuottaa valittu, paisutetun styreenipolymeerin hiukkaskappaleiden tai paisutetun polyolefiinin hiukkaskappaleiden muodostama lähtöaine samantyyppisiä ja vastaavia lopputuotemikrohiukkasia, jotka ovat oleellisesti kokonaan tai aivan 100 %:sesti n. 5-15 μm leveitä ja jopa n. 325 μm pitkiä ja oleellisesti täysin vapaita koskemattomista soluista.

Hienontimesta poistuvassa styreenipolymeerin tai polyolefiinin mikrohiukkasten ja veden juoksevassa seoksessa oleva, vähintään 98 %:n vesimäärä, voidaan poistaa huomattavalta osaltaan kyseisten styreenipolymeeri- tai polyolefiinimikrohiukkasten kosketuskuivien möykkyjen, kakkujen tai mattojen aikaansaamiseksi, joissa on esimerkiksi jopa 84 % tai enemmän kuiva-ainetta, vedenpoistomenetelmällä käyttämällä systeemiä, joka on kaavamaisesti esitetty kuviossa 16.

Tässä menetelmässä polymeerimikrohiukkasten kosketuskuivien möykkyjen, kakkujen tai mattojen tuottamiseksi niiden hiontimesta poistuvasta erittäin vesipitoisesta lietteestä asetetaan ensimmäinen reijitetty tukiosa (esim. lankaverkko) polymeerimikrohiukkasten lietteen ja tyhjölietteiden väliin ja vesilietteeseen vedetään tukiosan läpi alipainetta sellainen määrä, joka vähintään riittää kerrostamaan tukiosalle mikrohiukkasten irrottavasti tarttuvan kerroksen tai maton (jonka paksuus käytännössä on esim. n. 3,2 mm), jonka keskinkertaisesti pienentynyt vesipitoisuus on riittävän pieni, jotta matto säilyttää jatkuvuutensa tukiosalla, saatetaan tarttuvan mikrohiukkasten maton vapaa pinta kosketukseen toisen reijitetyn osan kanssa, jolloin muodostuu mikrohiukkasten maton kerrosrakenne molempien reijitettyjen osien väliin, peitetään kummankin reijitetyn osan vapaa paljaana oleva puoli vettä absorboivan levymateriaalin jatkuvalla kerroksella, jolla on suurempi vedenabsorptiokyky kuin mikrohiukkasmatolla; saatetaan sitten saatu viisikerroksinen kokoonpano alttiiksi paineelle, jotta vettä absorboivat levymateriaalikerrokset voisivat absorboida mikrohiukkasten matosta reijitettyjen osien läpi sen vesimäärän, joka käytännössä on mahdollista, ja sen jälkeen erotetaan vettä absorboivat levymateriaalikerrokset viereisistä reijitetyistä osista ja reijitetyt osat irrotetaan sen mikrohiukkasmaton pinnoilta, jonka vesipitoisuutta on edelleen pienennetty ja lopuksi saatu matto otetaan talteen.

Eräs tämän menetelmän piirre on, että sitä voidaan käyttää jatkuvana siten, että kumpikin reijitetty osa ja vettä absorboiva levy on jatkuva ja siihen sisällytetään lisävaihe, jossa johdetaan kumpikin erillinen vettä absorboiva materiaalilevy (puristusvaiheen jälkeen) kuivausvyöhykkeen läpi näiden levyjen vapauttamiseksi absorboituneesta vedestä siinä määrin, että niitä voidaan jälleen käyttää veden absorboimiseen seuraavista mikrohiukkasten muodostaman maton lisäosista, joissa on keskinkertainen pienennetty vesipitoisuus ja jotka otetaan ulos tyhjövaiheeseen poistopäästä.

Näin ollen kummankin reijitetyn osan ollessa jatkuva, ensimmäinen niistä palautetaan lähtölietteeseen jatkamaan siinä

tyhjän vaikutuksesta kerrostuvan mikrohiukasten maton jatkuvan virtauksen talteenottamista. Samanaikaisesti toinen jatkuva reijitetty osa palaa tyhjövyöhykkeen poistopäähän täydentämään jatkuvasti muodostuvan mikrohiukkasten maton kerrostamista kahden vastakkaisen, jatkuvan reijitetyn osan väliin. Sen jälkeen vuorostaan kumpikin kahdesta jatkuvasta vettä absorboivasta levystä tulee jatkuvasti kosketukseen sitä vastaavan reijitetyn osan vapaan pinnan kanssa.

Jatkuva paine, jota kohdistetaan liikkuvaan viisikerrokseen kokoonpanoon, parantaa veden jatkuvaa absorboitumista mikrohiukkasten matosta jatkuvasti vastakkaisiin vettä absorboiviin levyihin reijitettyjen osien läpi jatkuvasta mikrohiukkasten matosta. Tätä mattoa puretaan sitten jatkuvasti ulos sen jälkeen, kun on poistettu vettä absorboivat levyt ja niiden jälkeen erotettu reijitetyt osat, kummankin vettä absorboivan levyn jatkaessa edelleen sitä vastaavan kuivausvyöhykkeen läpi.

Kuvion 16 mukaisesti mikrohiukkasten vesilietettä puretaan hienontimesta aloituslietteen vastaanottosäiliöön 10. Sijoitettuna ylöspäin irti säiliön 10 pohjalta ja sisäänpäin irti sen päistä on asennettu tyhjärumpu 11 pyörivästi vaakasuoralle akselilleen 12, joka on samankeskinen tyhjärummun 11 kanssa ja tuettu säiliön 10 ulkopuolelta läpivientiholkeilla (ei esitetty), jotka on pyörivästi asennettu tukiosille (ei esitetty). Ensimmäinen jatkuva lankaverkkosuodatinneula 13 (esim. 40 meshin reikäinen osa) tuettuna tukiteloilille 14 ja 15 kulkee nuolella a esitettyyn suuntaan alaspäin tyhjärummun 11 alapuoliskon alta ja ympäri, jolloin lietteen läpi kulkeva lankaverkko 13 poimii mukaansa mattokerrostuman, joka koostuu vesipitoisuudeltaan osittain pienennetyistä mikrohiukkasista.

Toinen lankaverkkosuodatinseula 17 (myös 40 meshin reikäosa) tuettuna telojen 18 ja 19 yli kulkee kiristystelan 20 yli ja ohjaustelojen 21 ja 22 alta nuolen b osoittamaan suuntaan, jolloin vesipitoisuudeltaan keskinkertaisten mikrohiukkasten suodatinseulalle tarttuva matto kerrostuu sen ja suodatinseulan 17 väliin.

Jatkuva vettä absorboiva huopalevy 24 tuettuna teloilille 25 ja 26 kulkee nuolen c osoittamaan suuntaan kiristystelan 27

alta ja ohjaustelan 28 ympäri ja jatkaa siitä ohjaustelalle 29. Tällöin huopalevyn 24 alue, joka ulottuu telojen 28 ja 29 väliselle matkalle, peittää lankaverkkoseulan 13 paljaan pinnan.

Toinen vettä absorboiva huopalevy 31 tuettuna teloilta 32 ja 33 kulkee nuolen d osoittamaan suuntaan tukitelojen 34 ja 35 alta ja kiristystelan 36 yli, jolloin huopalevy 31 telojen 32 ja 33 väliseltä matkalta koskettaa suodatinseulan 17 paljasta alapintaa. Tämä täydentää tällöin viisikerroksisen kokoonpanon, joka koostuu lankaverkkosuodatinseulojen 13 ja 17 väliin kerrostetusta mikrohiukkasten matosta, joita seuloja peittävät huopalevyt 24 ja 31 tässä järjestyksessä.

Kahden parin toisiaan vasten olevien tukitelojen 28 ja 32 sekä 29 ja 31 puolivälissä, tämän viisikerroksinen kokoonpano kulkee vastakkaisten paineteloiden 38 ja 39 välistä, jolloin niiden 56 cm:n pituus kohdistaa esimerkiksi 408 kg:n (so. 7,3 kg/cm) kokonaispaineen painetelalla 38 tätä kokoonpanoa vastaan.

Sen jälkeen kun huopalevyt 24 ja 31 eroavat telojen 29 ja 33 kosketuskohdissa, suodatinseulat eroavat myöhemmin, kun seula 17 kulkee maton tukitelan 19 yli. Tämän jälkeen mikrohiukkasten matto, joka on kuivattu 84 % kuiva-ainetta sisältäväksi kakuksi, poistetaan seulalta 17 erotinterällä 40 ja se putoaa mikrohiukkaskakun kokoomasäiliöön 41. Samanaikaisesti ensimmäinen tai ylempi suodatinseula 13 kulkee ylöspäin tukitelan 42 ympäri ja mahdollinen tähän seulaan tarttunut mikrohiukkaskakku poistetaan siitä ylemmällä erotinterällä 43 ja se putoaa mikrohiukkaskakun kokoomasäiliöön 41.

Edellä olevan vesipitoisuutta pienentävän systeemin käyttäminen halkaisijaltaan 28 cm:n ja pituudeltaan 56 cm:n tyhjötalalla 11 nopeudella 10 kierrosta minuutissa (rpm) syöttäen 11,4 l/min styreenipolymeerin mikrohiukkasten lietettä (joka sisälsi 2 % kuiva-ainetta) hienontimesta, sai aikaan 3,175 mm paksun märän mikrohiukkaskerroksen ja edellä mainitun painetelan 38 aiheuttamalla 7,3 kg/cm:n paineella antoi saannoksi 10,8 kg/h, joka sisälsi 84 % kuiva-ainetta styreenipolymeerin mikrohiukkasina.

Vastaavassa kuivausvyöhykkeessä (ei esitetty) voidaan kumpikin vettä absorboiva levy kuivata kuumalla ilmalla (tai

sopivasti muulla tavoin) ja käyttäen alustavaa johtamista painetelojen välissä, kun vesipitoisuus on riittävän suuri, jotta merkittävä osa siitä voidaan pusertaa ulos.

Edellä oleva systeemi ja laitteisto veden tai muun inertin nesteen poistaminen mikrohiukkasista ei rajoitu sen juuri yllä kuvattuun erikoiskäyttöön paisutetuilla polystyreenimikrohiukkasilla. Menetelmä ja systeemi ovat myös käyttökelpoisia samalla tavoin minkä tahansa muiden paisutettujen styreenipolymeerien mikrohiukkasille samoin kuin polyolefiinimikrohiukkasille. Systeemiä ei myöskään ole rajoitettu aikasemmin yllä esitettyihin mittoihin tai laitejärjestelyyn, joka on esitetty kuvaavassa piirroksessa, vaan sitä voidaan modifioida aikaansaamaan sellainen muu tuotantokapasiteetti kuin on käytännöllistä ja vaihdella kyseeseen tulevien osien järjestelyä laitoksen tuotantokapasiteetin ja tilajärjestelyn kulloistenkin vaatimusten täyttämiseksi.

Tätä systeemiä tällaisen suuren vesipitoisuuden poistamiseksi mikrohiukkasista ei ole rajoitettu pyörivän tyhjärummun käyttöön erittäin vesipitoisten mikrohiukkasten maton saamiseksi kulkemaan painetelojen 38 ja 39 läpi (kuvio 16). Lietettä vastaanottava säiliö 10 ja tyhjärumpu 11 ja sen akseli voidaan eliminoida ja telat 18, 20 ja 21 siirtää suunnilleen säiliön 10 aikaisemman aseman vasemmalle puolelle, jolloin suodatinseulaa 17 on vastaavasti pidennettävä.

Tämän jälkeen hienontimesta tuleva erittäin nestemäinen lietetuote syötetään syöttölaatikkoon (samanlainen kuin painelaahtikko, josta paperimassaa syötetään tasoviiralle paperinvalmistuksessa), joka sijaitsee suodatinseulan 17 yläpuolella (hieman oikealla telasta 18), ja puretaan seuralle. Siinä mikrohiukkasista seuraava vapaa vesi valuu seulan 17 alkuosan läpi sen jälkeen kun se on kulkenut telan 18 yli. Ennenkuin seula 17 saavuttaa painetelat 38 ja 39, se kulkee imulaatikon yli (hyvin paljon samanlainen kuin tasoviiran purkauspäässä), jossa osa mikrohiukkasten pidättämästä vedestä poistetaan.

Telaa 15 siirretään jonkin verran oikealle niin, että se sijaitsee juuri oikealle telasta 18 ylöspäin ajatellulta jatkeelta. Seulaa 13 lyhennetään ja pidetään kireällä johtamalla se rummun 11 korvaavan telan alta, joka on sijoitettu lankaverkon 17

viereen, kun se kulkee imulaatikon ohi. Seulalla 17 aloitettu märkien mikrohiukkasten kerros kerrostetaan seulojen 13 ja 17 väliin, kun ne jatkavat telan 18 jälkeen kohti painetelojen 38 ja 39 välistä kosketuskohtaa ja sen läpi.

Vettä absorboivat levyt 24 ja 31 ovat edullisesti puuvilla-huopaa, mutta ne voivat olla mitä tahansa muuta vettä absorboivaa levymateriaalia, jolla on suurempi affiniteetti vedelle kuin näennäinen pintajännitys, joka pitää vettä kiinni mikrohiukkasissa.

Hienonnuskonetta ei rajoiteta vain selityksessä aikaisemmin kuvattuun 16-siipisen käyttökelpoisen yksikön spesifisiin yksityiskohtiin. Esimerkiksi hienonnusvarsien lukumäärä voidaan vaihdella jopa 32:een saakka kulloisenkin laitoksen tuotantotarpeiden mukaisesti. Myös kotelon muotoa voidaan muuttaa. Jotkut muutokset hienonnusvarisen tietyissä osissa ovat myös mahdollisia. Ne sen piirteistä, jotka saavat aikaan tehokkaan hienonnusvaikutuksen, on säilytettävä, samalla kun sallitaan joitakin muutoksia näiden varsien muilla alueilla. Myöskään esikatkaisutankoja ei ole rajoitettu esimerkiksi ko. spesifiseen pituuteen tai lukumäärään, sillä kumpaakin voidaan vaihdella kulloisenkin tuotantosuunnitelman mukaisesti ja joissakin tapauksissa ne voidaan jättää pois.

Hienonnustoimenpiteen luonne ja mikrohiukkasten ulkonäkö (kuten kuvioissa 1-5), osoittavat, ettei yksityisillä mikrohiukkaskappaleilla ole mitään merkittävää ulkomuodon yhtenäisyyttä.

Se, että lähtöstyreenipolymeerit ja -polyolefiinit (polyeteenistä polymetyylipenteeniin), joiden paisutetut hiukkaskappaleet muutetaan keksinnön mikrohiukkasiksi, ovat kestopuovisia, osoittaa, että ne ovat myös suulakepuristettavissa.

Se, että tässä esitettyjen mikrohiukkasten, vaikka ne pidättävätkin huomattavan määrän vettä (esim. jopa n. 80 %), sanotaan olevan kosketuskuivia, tarkoittaa, että kun mikrohiukkasia kosketetaan, ne eivät kostuta sormia tai kämmenpohjaa, kun niitä pidetään kädessä.

Patenttivaatimukset

1. Sekä nesteiden että kaasujen suodatuksessa ja puhdistuksessa käyttökelpoiset mikrohiukkaset sellaisinaan tai vesipitoisena suspensiona, valmistettuna paisutetusta, kestumuovisesta, paisutuksessa muodossaan ei-hauraasta polymeeristä, joka on styreenipolymeeri, polyolefiini, joka on polyeteeni, polypropeeni, polybuteeni tai polymetyyllipenteeni, tai mainittujen styreenipolymeerin tai polyolefiinien kopolymeeri tai seos, jotka mikrohiukkaset ovat t u n n e - t u t siitä, että ne

a) ovat 40-325 μm pitkiä ja 20-325 μm leveitä,

b) ovat oleellisesti täysin vapaita niistä koskemattomista soluista, joista mikrohiukkaset on valmistettu,

c) eivät yksittäisten mikrohiukkasosasten ääriviivojen osalta oleellisesti ole samankaltaisia, ja

d) ovat tiheydeltään noin 85 prosenttia - noin oleellisesti samoja kuin vastaava paisuttamaton polymeeri.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että kestumuovipolymeeri on styreenipolymeeri.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että styreenipolymeeri on polystyreeni.

4. Patenttivaatimuksen 3 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että paisutettu polystyreeni on paisutettua jätepolystyreeniä.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että kestumuovipolymeeri on polyolefiini.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että polyolefiini on polyeteeni.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että polyeteeni on sulaseos, jossa on suunnilleen 10 paino-% polystyreeniä.

8. Patenttivaatimuksen 5 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että polyolefiini on polypropeeni.

9. Patenttivaatimuksen 5 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että polyolefiini on polypropyleenin kopolymeeri, jossa on n. 20-30 paino-% polyeteeniä.

10. Patenttivaatimuksen 5 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e - t u t siitä, että polyolefiini on polypropeenin ja sellaisen poly-

eteenikopolymeerin sulaseos, jossa n. 30-paino-%:iin asti kopolymeristä on polyvinyliasettaattia, ja polypropeenin määrä ylittää vähintään 50 paino-% sulaseoksesta.

11. Jonkin edelläolevan patenttivaatimuksen mukaiset mikrohiukkaset vesilietteenä, t u n n e t t u siitä, että liete sisältää n. 1-2 paino-% mikrohiukkasia.

12. Jonkin patenttivaatimuksista 1-10 mukaiset mikrohiukkaset, t u n n e t t u siitä, että ne kosketeltaessa tuntuvat kuivilta ja sisältävät n. 16-100 paino-% kuiva-ainetta mikrohiukkasina ja loppuosa on oleellisesti vain vettä.

13. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukaisten mikrohiukkasten valmistamiseksi paisutetusta kestopolymeeristä, joka on styreenipolymeeri, polyolefiini, joka on polyeteeni, polypropeeni, polybutenei tai polymetyylipenteeni tai mainittujen styreenipolymeerin tai polyolefiinien kopolymeeri tai seos, jotka kaikki polymeerit ovat paisutetussa muodossa ei-hauraita, t u n n e t t u siitä, että

a) paisutetun kestopolymeerin paisutettuja hiukkaskappaleita ja vettä syötetään rajoitettuun hienonnuvyöhykkeeseen, jossa on siihen johtava syöttöaukko, poistoalue ja useita toisistaan erilleen sijoitettuja törmäyspintoja, jotka on asetettu pyörivästi hienonnuvyöhykkeeseen syöttöaukon ja poistoalueen väliin, joka poistoalue muodostuu useista hajallaan olevista aukoista, jotka vaihtelevat oleellisesti pyöreistä aukoista, joiden halkaisija on n. 0,102 - 3,175 mm, oleellisesti suorakulmaisiin aukkoihin, joiden leveys on n. 0,254 - 3,175 mm ja pituus n. 3,81 - 12,7 mm, ja jotka aukot on järjestetty kaarimaiseen seulontajärjestykseen ja sijoitettu säteen suunnassa törmäyspintojen suhteen siten, että törmäyspinnat eivät törmäy mainittuihin aukkoihin; ja

b) paisutetun kestopolymeerin hiukkaskappaleet ja vesi pakotetaan hienonnuvyöhykkeessä kehämäistä reittiä pitkin toistuvasti törmäämään törmäyspintoihin, jotka pyörivät nopeudella noin 4700-8000 kierr./min, ja samalla paisutetut kestopolymeerihiukkaskappaleet johdetaan törmäyspintojen avulla poistoalueen aukkojen reunasärmiä vastaan, jolloin paisutetut kestopolymeerihiukkaskappaleet hienonnetaan toistuvasti repimällä, murtamalla ja leikkaamalla mikrohiukkasia mainituista hiukkaskap-

paleista, jolloin vettä lisätään syötössä paisutetun kestopolymeerihiukkaskappaleisiin siten, että hienonnuksen lämpötila pysyy sen lämpötilan alapuolella, jossa mainittujen paisutettujen kestopolymeerihiukkaskappaleiden hajoaminen tapahtuu; ja mahdollisesti:

c) mikrohiukkaset poistetaan hienonnuksen vesilietteestä niiden vesilietteenä, joka sisältää vähintään yhden prosentin mikrohiukkasia kiintoaineena, ja mikrohiukkasten liete tyhjösuodatetaan lietteen kiintoainepitoisuuden nostamiseksi vähintään 16 painoprosenttiin; tai

d) mikrohiukkaset poistetaan hienonnuksen vesilietteestä; lietteä levitetään jatkuvasti liikkuvan, jatkuvan, vettä absorboimattoman reiällisen materiaalin ensimmäisen levyn pinnalle, jotta tälle ensimmäiselle pinnalle aikaansaataisiin poistettavasti tarttuva, jatkuva, osittain kuivattujen mikrohiukkasten kerros; ensimmäisen reiällisen materiaalin toiselle pinnalle kohdistetaan imu, jotta osa mikrohiukkasten kerroksessa olevasta vedestä poistuisi materiaalin läpi; mikrohiukkasten kerroksen alunperin paljas pinta peitetään vettä absorboimattoman reiällisen materiaalin toisella liikkuvalla jatkuvalla levyllä, jotta aikaansaataisiin mikrohiukkasten kerroksen liikkuva kerrosrakenteen reiällistä materiaalia olevien levyjen vastakkain olevien pintojen väliin; kummankin reiällistä materiaalia olevan levyn paljas pinta peitetään jatkuvalla vettä absorboivalla materiaalilevyllä, jonka materiaalilevyn vettä absorboiva affiniteetti on voimakkaampi kuin se pintajännitys, joka pidättää vettä mikrohiukkassissa; saatu viisikerroksinen kokoonpano johdetaan painetelaparin vastakkaisen telojen välisen kosketuskohdan läpi, jotka telat on asennettu aikaansaamaan viisikerroksiseen kokoonpanoon riittävä paine lisäämään merkittävästi vettä absorboivan materiaalilevyn mikrohiukkasten kerroksesta vettä absorboivaa vetovoimaa; ja mikrohiukkaset poistetaan reiälliseltä materiaalilevyllä, kun viisikerroksisen kokoonpanon peräkkäiset osat poistuvat paineteloilta, jolloin aikaansaadaan mikrohiukkastuote, joka sisältää noin 50-90 painoprosenttia mikrohiukkasten kiintoainetta.

14. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että paisutetun kestopolymeerihiukkaskappalei-

den pinnat kostutetaan vedellä ennen kuin ne syötetään hienon-
nusvyöhykkeeseen.

15. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että käytettävät törmäyspinnat sijoitetaan mainitussa
hienonnusvyöhykkeessä sekä aksiaalisesti että angulaarisesti eril-
leen toisistaan siten, että kestmuovipolymeerin hiukkaskappalei-
den kulkiessa hienonnusvyöhykkeen läpi ne kulkeutuvat yhdeltä
törmäyspinnalta toiselle törmäyspinnalle, jolloin niiden kulkureit-
ti poikkeutuu.

16. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että hienonnusvyöhykkeessä olevia paisutettuja kesto-
muovipolymeerin hiukkaskappaleita ajetaan törmäyspintojen avulla
toistuvasti vuoron perään (i) kohti ja vasten vähintään yhden esi-
leikkauspinnan kulmikkaita reunoja, jotka esileikkauspinnat si-
jaitsevat syöttöaukon ja poistoalueen aukkojen välissä, ja jotka
on asetettu perifeerisesti erilleen mainituista aukoista ja säteen
suunnassa samalla tavoin irti mainituista törmäyspinnoista kuin
mainitut aukot ja (ii) kohti ja vasten mainittuja aukkoja.

17. Patenttivaatimuksen 16 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että esileikkauspintoja on useita ja ne on pitkänomai-
sia ja ne ulottuvat suunnilleen koko hienonnusvyöhykkeen alueelle
yhdensuuntaisina mainitun kehänmuotoisen kulkutien akselin kanssa
ja ne on perifeerisesti asetettu erilleen toisistaan mainitun ak-
selin ympärille.

18. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että hienonnusvyöhykkeeseen syötetään vettä ja kesto-
muovipolymeerin hiukkaskappaleita siten, että painosuhte vesi:poly-
meerin hiukkaskappaleet on 55:1 - 100:1.

19. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että vaiheessa, jossa lietettä levitetään vettä absor-
boimattoman reiällisen materiaalin ensimmäiselle levyille, mikro-
hiukkasten vesilietettä syötetään jatkuvasti tilaan, jossa liet-
teestä poistetaan vettä ja jossa tilassa on pyörivä tyhjörumpu,
joka on osittain upotettu mainitussa tilassa olevan lietteen pää-
osaan, vettä absorboimattoman reiällisen materiaalin ensimmäinen
levy johdetaan mainitussa tilassa olevaan lietteeseen upotetun
tyhjörummun osan ympäri, sen alta ja kosketuksissa pyörivän

tyhjärummun lietteeseen upotetun osan kanssa, jolloin ylläpidet-
täessä imua rummussa sen pyöriessä lietteen pääosassa ensimmäi-
sen reiällisen osan liikkussa kosketuksissa rummun kanssa, vettä
pidättävien mikrohiukkasten jatkuva suodatuspuristuskakku tai
-kerros aikaansaadaan jatkuvasti pitkin mainittua reiällistä
levymateriaalia.

L7

Patentkrav

1. Vid filtrering och rening av både vätskor och gaser användbara mikropartiklar, som sådana eller i form av en vattenhaltig suspension, framställd av en expanderad, termoplastisk, i expanderad form icke spröd polymer, vilken är en styrenpolymer, en polyolefin, vilken är polyeten, polypropen, polybuten eller polymetylpenten, eller en sampolymer eller blandning av nämnda styrenpolymer eller polyolefiner, vilka mikropartiklar är k ä n n e t e c k n a d e därav, att de

(a) är 40-325 μm långa och 20-325 μm breda,

(b) är väsentligen fullständigt fria från intakta celler som mikropartiklarna framställts av,

(c) beträffande konturerna av de enskilda mikropartikeldelarna inte väsentligen är lika, och

d) har en täthet som är ca 85 % - väsentligen samma som tätheten av motsvarande icke expanderade polymer.

2. Mikropartiklar enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d e därav, att den termoplastiska polymeren är en styrenpolymer.

3. Mikropartiklar enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a d e därav, att styrenpolymeren är ^{en} polystyren.

4. Mikropartiklar enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a d e därav, att den expanderade polystyrenen är ^{en} expanderad utskottspolystyren.

5. Mikropartiklar enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d e därav, att den termoplastiska polymeren är en polyolefin.

6. Mikropartiklar enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a d e därav, att polyolefinen är en polyeten.

7. Mikropartiklar enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a d e därav, att polyetenen är en smältblandning innehållande ca 10 vikt-% polystyren.

8. Mikropartiklar enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a d e därav, att polyolefinen är ^{en} polypropen.

9. Mikropartiklar enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a d e därav, att polyolefinen är en sampolymer av polypropylen med ca 20-30 vikt-% polyeten.

10. Mikropartiklar enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a d e därav, att polyolefinen är en smältblandning av polypropen och en polyetensampolymer, i vilken upp till ca 30 vikt-% av sampoly-

meren är polyvinylacetat, och mängden av polypropen överstiger åtminstone 50 vikt-% av smältblandningen.

11. Mikropartiklar enligt något av de föregående patentkraven i form av en vattenuppslamning, k ä n n e t e c k n a d e därav, att uppslamningen innehåller ca 1-2 vikt-% mikropartiklar.

12. Mikropartiklar enligt något av patentkraven 1-10, k ä n n e t e c k n a d e därav, att de vid beröring känns torra och innehåller ca 16-100 vikt-% fast material som mikropartiklar och återstoden väsentligen endast är vatten.

13. Förfarande för framställning av mikropartiklar enligt patentkravet 1 av en expanderad termoplastisk polymer, vilken är en styrenpolymer, en polyolefin, vilken är polyeten, polypropen, polybuten eller polymetylpenten eller en sampolymer eller blandning av nämnda styrenpolymer eller polyolefiner, vilka alla polymerer i expanderad form inte är spröda, k ä n n e t e c k n a t därav, att

(a) expanderade partikelstycken av den expanderade termoplastiska polymeren och vatten inmatas i en avgränsad finfördelningszon, som har ett inlopp ^{till zonen} ett avloppsområde och flera separat från varandra arrangerade stötytor, vilka anordnats roterande mellan finfördelningszonens inlopp och avloppsområde, vilket avloppsområde bildas av flera spridda öppningar, vilka varierar från väsentligen cirkelrunda öppningar med en diameter av ca 0,102-3,175 mm, till väsentligen rektangulära öppningar, vilka har en bredd av ca 0,254-3,175 mm och en längd av ca 3,81-12,7 mm, och vilka öppningar anordnats i en bågformad siktordning och placerats radiellt i förhållande till stötytorna så, att stötytorna inte kolliderar med nämnda öppningar; och

(b) den expanderade termoplastiska polymerens partikelstycken och vatten tvingas i finfördelningszonen att längs en cirkelformig bana upprepade gånger kollidera med stötytorna, vilka roterar med en hastighet av ca 4700-8000 varv/min, och samtidigt leds de expanderade termoplastiska polymerpartikelstyckena med hjälp av stötytorna mot avloppsområdets öppningar hörnformade kanter, varvid de expanderade termoplastiska polymerpartikelstyckena finfördelas genom upprepat rivande, slitande och skärande av mikropartiklar från nämnda partikelstycken, varvid vatten vid inmatandet adderas till den expanderade termoplastiska polymerens partikelstycken så, att finfördelningszonens temperatur förblir under den temperatur, vid vilken sönderdelning av nämnda expanderade termoplastiska polymerpartikelstycken sker; och

eventuellt:

(c) avlägsnas mikropartiklarna från finfördelningszonen i form av en vattenuppslamning, vilken innehåller åtminstone en procent mikropartiklar som fast material, och uppslamningen av mikropartiklar vakuumfiltreras för höjning av uppslamningens fastmaterialhalt till åtminstone 16 viktprocent; eller

(d) mikropartiklarna avlägsnas ~~kontinuerligt~~ från finfördelningszonen i form av en vattenuppslamning; uppslamningen appliceras på en yta av ett ^{kontinuerligt} rörligt kontinuerligt första ark av ett icke vattenabsorberande perforerat material för att på denna första yta åstadkomma ett avlägsningsbart vidhäftande kontinuerligt skikt av delvis torrade mikropartiklar; sug appliceras på det första perforerade materialets andra yta, så att en del av vattnet i mikropartikelskiktet avlägsnas genom materialet; den från början bara ytan av mikropartikelskiktet ^{täcks} med ett andra rörligt kontinuerligt ark av ett icke vattenabsorberande perforerat material i syfte att åstadkomma en rörlig flerskiktsstruktur av mikropartikelskiktet mellan de motstående ytorna av de två arken av perforerat material; den bara ytan av vart och ett av arken av perforerat material täcks ~~kontinuerligt~~ medelst ett kontinuerligt vattenabsorberande materialark med starkare absorberande affinitet för vatten än den ytspänning, som kvarhåller vattnet i mikropartiklarna; ^{de} ~~erhållna~~ ^{Sammanställningen} ~~aggregatet~~ innefattande fem skikt leds genom nypet mellan motstående valsar i ett tryckvalspar, vilka valsar arrangerats så, att de mot femskikts ^{Sammanställningen} ~~aggregatet~~ åstadkommer ett tillräckligt tryck för att avsevärt öka vattenabsorptionsdragningskraften hos det vattenabsorberande materialarket från mikropartikelskiktet; och mikropartiklarna avlägsnas från det perforerade materialarket, när de på varandra följande partierna av femskikts ^{Sammanställningen} ~~aggregatet~~ lämnar tryckvalsarna, varvid en mikropartikelprodukt erhålles, vilken innehåller ca 50-90 viktprocent fast material av mikropartiklar.

14. Förfarande enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att ytorna av partikelstyckena av den expanderade termoplastiska polymeren vätes med vatten innan de förs in i finfördelningszonen.

15. Förfarande enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att stötytorna som användes arrangeras i nämnda finfördelningszon både axiellt och angulärt åtskilda från varandra så, att då den termoplastiska polymerens partikelstycken passerar genom finfördelningszonen förs de från en stötyta till en annan stötyta, varvid deras bana samtidigt avviker från sin riktning.

16. Förfarande enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att partikelstyckena av den expanderade termoplastiska polymeren i finfördelningszonen drivs med hjälp av stötytorna upprepade gånger turvis (i) till och mot de hörnförsedda kanterna av åtminstone en försönderbrytande yta, vilka ytor är belägna mellan matarinloppet och avloppsområdets öppningar och vilka arrangerats perifer^{iskt} åtskilt från nämnda öppningar samt radiellt separat från stötytorna på liknande sätt som nämnda öppningar och (ii) till och mot nämnda öppningar.

17. Förfarande enligt patentkravet 16, k ä n n e t e c k n a t därav, att försönderbrytande ytorna är flera och de är långsträckta och sträcker sig över ungefär hela finfördelningszonens område parallellt med den cirkelrunda banans axel och är perifer^{iskt} arrangerade åtskilda från varandra runt nämnda axel.

18. Förfarande enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att vatten och partikelstycken av den termoplastiska polymeren leds in i finfördelningszonen så, att viktförhållandet vatten:partikelstycken av polymeren är 55:1 - 100:1.

19. Förfarande enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att i steget, vari uppslamningen appliceras på det första arket av det icke vattenabsorberande perforerande materialet, leds ^{vatten-} uppslamningen av mikropartiklar kontinuerligt in i ett utrymme, i vilket vatten avlägsnas från uppslamningen och vilket utrymme har en roterande vakuumtrumma, som delvis är nedsänkt i huvuddelen av uppslamningen, vilken finns i detta utrymme; det första arket av det icke vattenabsorberande perforerande materialet leds in i den i nämnda utrymme befintliga uppslamningen runt, under och i kontakt med den i uppslamningen nedsänkta delen av den roterande vakuumtrumman, varvid då sug upprätthålles i trumman när den roterar i huvuddelen av uppslamningen, medan den första perforerade delen rör sig i kontakt med trumman, en kontinuerlig filtreringspresskaka eller ett -skikt, åstadkoms kontinuerligt längs nämnda perforerade arkmateriale.

av vattenbindande
mikropartiklar

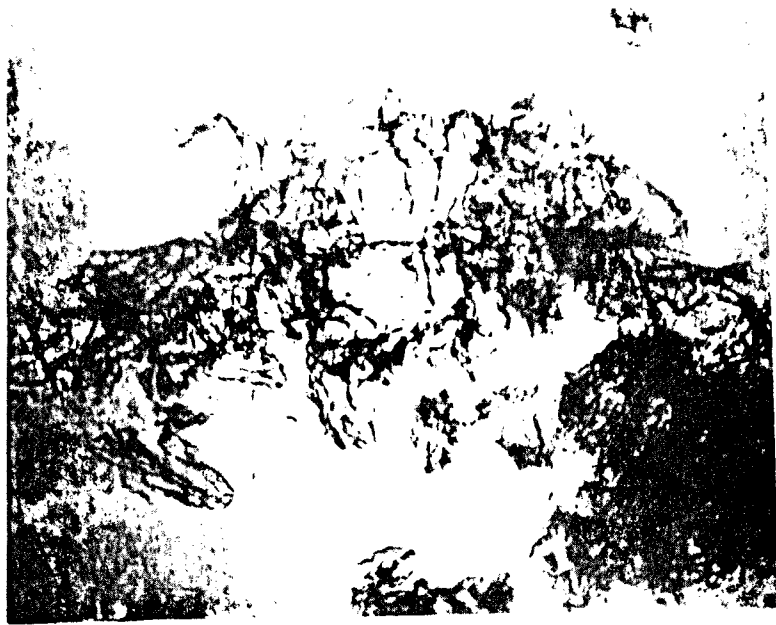


Fig 1

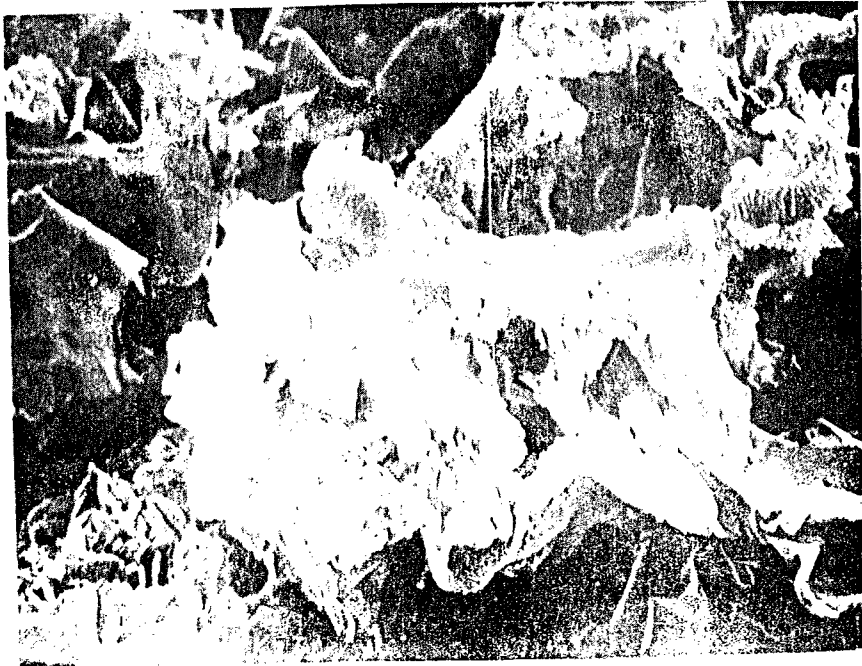


Fig 4



Fig 3



Fig 2



Fig 5

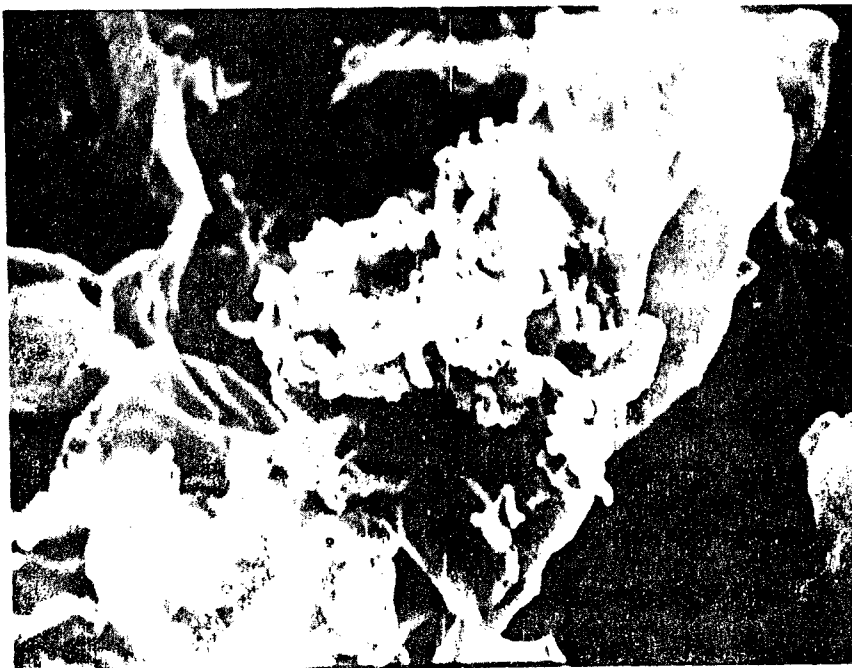


Fig 6

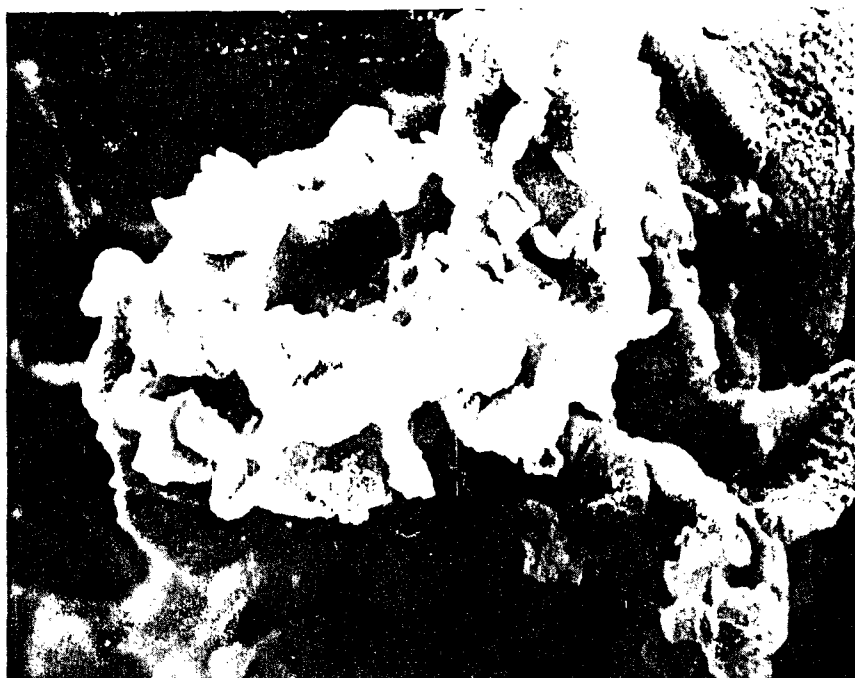


Fig 7



Fig 8



Fig 9



Fig 10



Fig 11



Fig 12



Fig 13



Fig 14

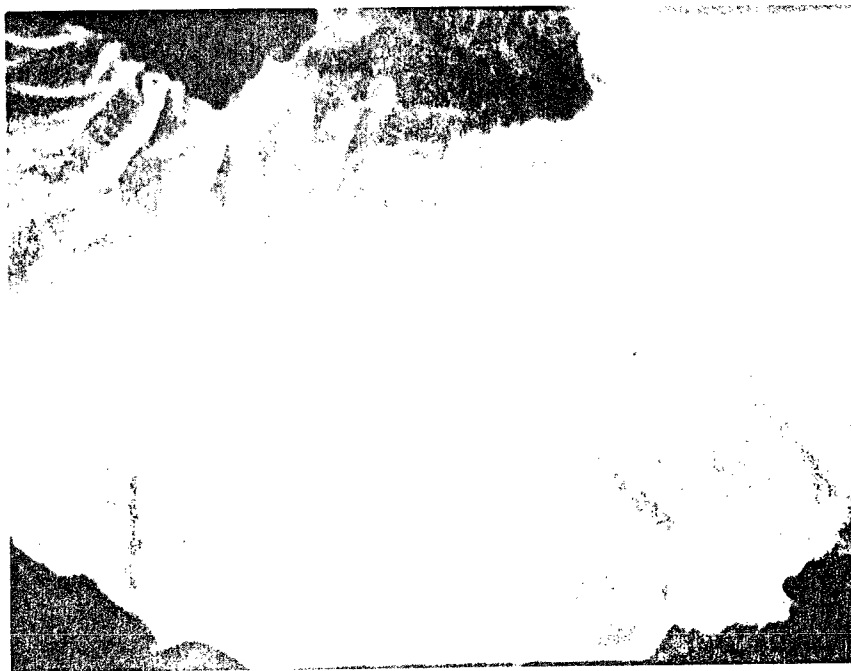


Fig 15

HYV. BAKT

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

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

FI _____

CH _____

DE _____

DK _____

FR _____

GB P 922306

NO _____

SE _____

US P 3630820 (B32 65/18)

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

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

The Fitzpatrick Companyn tiedonanto
n:o 152

Pirkka Järvelin

Alllekirjoitus