



SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 70914

C (45) Patentti myönnetty
Patent meddelat 27 10 1986

(51) Kv.lk./Int.Cl.⁴ C 08 J 3/12, 9/26, C 09 D 7/12,
C 02 F 1/40,*

(21) Patentihakemus — Patentansökning 812194

(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 10.07.81

(23) Alkupäivä — Giltighetsdag 10.07.81

(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 16.01.82

(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. —
Ansökan utlagd och utskriften publicerad 18.07.86

(86) Kv. hakemus — Int. ansökan

(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 15.07.80

Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken

Tyskland(DE) P 3026688.7 Toteennäytetty-Styrkt

(71) Akzo nv, IJssellaan 82, Arnhem, Hollanti-Holland(NL)

(72) Wolfgang Lange, Obernburg, Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken
Tyskland(DE)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Huokoisia, jauhemaisia polymeeri-osasia, menetelmä niiden valmistamiseksi
sekä niiden käyttö - Porösa, pulverformiga polymerpartiklar, förfarande
för deras framställning samt deras användning

(57) Tiivistelmä

Jauhemaisia, huokoisia polymeeriosasia valmistetaan saat-
tamalla homogeeninen seos, jossa on vähintään kaksi kom-
ponenttia, joista toinen on sulava polymeeri ja toinen
inertti neste, hajoamislämpötilaa korkeammassa lämpöti-
lassa kiintoaineosaspatjaan, jäähdyttämällä polymeerin
jähmetyslämpötilaa alempaan lämpötilaan ja hienontamalla
tällöin saatu kakkumainen massa ja erottamalla polymeeri-
aines inertistä nesteestä ja kiintoaineosasista. Kiinto-
aineosaspatjana käytetään edullisesti natriumsulfaattia,
jonka raekoko on väliltä 50-400 µm. Polymeereiksi sopi-
vat erityisesti polypropyleeni ja inertiksi nesteeksi
NN-bis(2-hydroksietyyli)-heksadekyyliamiini. Näitä jau-
hemaisia osasia voidaan käyttää hydrofobisten aineiden,
erityisesti öljyn erottamiseen vedestä, nesteiden ime-
miseen, lisäaineena maaleihin, kantimina aineille pit-
käaikaista vapauttamista varten, erityisesti maa- ja met-
sätaloudessa sekä puutarhan hoidossa, sekä betonin lisä-
aineina.

(57) Sammandrag

Pulverformiga, porösa polymerpartiklar framställs genom att bringa en homogen av minst två komponenter av en smältbar polymer och en inert vätska vid en temperatur över sönderdelningstemperaturen i en bädd av fastämnepartiklar, avkyla till en temperatur under stelningstemperaturen av polymeren i blandningen och finfördela den därvid erhållna kakartiga massan och separera polymer-substansen från den inerta vätskan och fastämnepartiklarna. Som bädd av fastämnepartiklar används företrädesvis natriumsulfat med en kornstorlek från 50 till 400 μm . Som polymer är speciellt polypropylen och som inert vätska NN-bis-(2-hydroxietyl)-hexadekylamin lämpliga. De pulverformiga partiklarna kan användas för separering av hydrofoba substanser, speciellt olja från vatten, för uppsugning av vätskor, som tillsatsämnen för anstrykningsämnen och som bärare av substanser för långtidig frigivning, speciellt i lant- och skogsbruket och trädgårdsodling och som tillsatsämnen av betong.

Huukoisia, jauhemaisia polymeeri-osasia, menetelmä niiden valmistamiseksi sekä niiden käyttö.

Keksinnön kohteena on huukoisia, jauhemaisia polymeeri-osasia, joilla on suuri ulkoapain luoksepäästävä sisäpinta, menetelmiä niiden valmistamiseksi sekä niiden käyttö.

On tunnettua valmistaa polymeerejä, esimerkiksi polypropyleeniä, jolla on huokoinen rakenne, erityisesti kiinteiden kappaleiden, kuten levyjen, mutta myös kalvojen, lankojen ja onttojen kuitujen muotoon. Siten kuvataan esimerkiksi US-patentissa 3 607 793 menetelmä, jonka mukaisesti, lähtien pienistä polypropyleeni-osista, joiden suuruus on n. 0,02-0,5 μm , ja liuottamalla nämä hiilivetyihin, voidaan päästä huukoisiin kalvoihin, kun jäähdyttäminen suoritetaan nopeudella, joka on pienempi kuin 100°C/minuutti.

Tämä menetelmä ei kuitenkaan ole käyttökelpoinen jauhemaisen, huukoisen polypropyleenin valmistukseen. Jos nimittäin yritetään muuttaa huukoisia rakenteita, jollaisia saadaan US-patentin 3 607 793 esityksen mukaisesti, hienontamalla jauhemuotoon, niin esiintyy huomattavia vaikeuksia. Niinpä tulee aines, kun sitä esim. jauhetaan, rasvaiseksi tai se alkaa sulaa. Ei edes voimakkaalla jäähdytyksellä saada moitteetonta huukoista jauhemaista tuotetta, koska rakenteet jauhatuksen aikana musertuvat rikki ja repeytyvät. Tällä tavalla ei myöskään saada jauhetta, jolla on edullinen raekokajakautuma.

Myös kiinteitä polymeerimassoja, joilla on huokoinen rakenne, jollaisia kuvataan saksalaisessa hakemusjulkaisussa DE-OS 2 737 745, voidaan tällä tavalla hienontaa vain vaivoin ja saadaan jauhe, jolla monessa suhteessa on epätydyttäviä ominaisuuksia.

Ei edes hienontaminen nestemäisessä työssä johda jauheisiin, joilla olisi täysin tyydyttävät ominaisuudet. Lisäksi on työskentely nestemäisellä tyypellä kallista, koska se vaatii runsaasti energiaa ja myös voimakas kaasun

kehitys, joka johtuu höyrystyvistä tyypeistä, on haitaksi. Lopuksi ei niinkään voimakkaalla jäädytyksellä, kuin nestemäistä tyyppiä käyttäen on mahdollista, voida välttää, että osasten leikkaus- tai murtopinnoilla on kuitupäitä, jotka vaikuttavat haitallisesti jauheen ominaisuuksiin, esim. valuvuuteen.

Huokoisia, jauhemaisia aineita voidaan käyttää mitä erilaisimmilla alueilla, esim. adsorptiossa, lisä- tai täyteaineina tms. Siten on olemassa tarve löytää tällaisia huokoisia aineita, edullisesti sellaisia, joilla on parantuneet ominaisuudet, sekä vastaavia valmistusmenetelmiä.

Siten tämän keksinnön kohteena on huokoisia, jauhemaisia polymeeriosasia, joilla on edullinen raemuoto ja raekokojakauma sekä suuri, ulkopuolelta luoksepäästävä sisäpinta ja tasainen huokosrakenne ja jotka ovat hyvin valuvia. Edelleen on keksinnön kohteena parannettu menetelmä tällaisten polymeeri-osasten valmistamiseksi, joka sallii erityisesti taloudellisen ja yksinkertaisen valmistustavan. Lisäksi on keksinnön tehtävänä esittää tällaisille polymeeriosasille erityisen edullisia käyttömahdollisuuksia, erityisesti kantajana aineille pitkäaikaista vapautumista varten, tarkoituksena saada aikaan pitkäaikainen vaikutus.

Tämä tehtävä ratkaistaan menetelmällä jauhemaisten, huokoisten polymeeriosasten valmistamiseksi, jolle menetelmälle on tunnusomaista, että homogeeninen seos, jossa on vähintään kaksi komponenttia, joista toinen on sulava polymeeri ja toinen komponentti on polymeerin suhteen inertti neste, ja nämä molemmat komponentit muodostavat binäärisen systeemin, jolla nestemäisessä tilassa on täydellisen sekoittuvuuden alue ja epätäydellisen sekoittuvuuden alue, saatetaan lämpötilassa, joka on seoksen hajoamislämpötilan yläpuolella, kiintoaineosasta koostuvaan patjaan, jäädytetään lämpötilaan, joka on polymeerin jähmettymislämpötilan alapuolella seoksessa ja hienonnetaan tällöin saatu kakkumainen massa ja erotetaan polymeerinen aines inertistä nesteestä ja kiintoaineosasta.

Keksintö koskee myös edellä kuvatulla menetelmällä valmistettuja jauhemaisia, huokoisia polymeeriosasia.

Edullisesti käytetään kiintoaineosasten patjaa, joka koostuu osasista, joiden koko on 50-500 μm . Hyvin sopiva on kiintoaineosaspattja, joka koostuu lasikuulista. Kiintoaineosasina voidaan käyttää myös suolaa, erityisesti natriumsulfaatin raekoko on edullisesti väliltä 50-400 μm .

Keksinnön mukaisesti valmistetaan edullisesti polymeeri-osasia polypropyleenistä. Tällöin voidaan inerttinä nesteinä käyttää NN-bi-(2-hydroksietyyli)-heksadekyyliamiinia.

Käytettäessä lasikuulia kiintoaineosasina, voidaan saatu kakku ensin uuttaa, sitten hienontaa ja seuloa lasikuulat ja polymeeriosaset tiheyseronsa perusteella. Erottaminen voi tapahtua esimerkiksi liettämällä veteen.

On mahdollista ensin hienontaa saatu kakku ja vasta sitten uuttaa; päinvastainen työskentelytapa on samoin mahdollinen.

Eräässä erityisen edullisessa keksinnön mukaisen menetelmän suoritusmuodossa saatu kakku uutetaan ja hienonnetaan samanaikaisesti.

Monissa tapauksissa voidaan saatu kakku samanaikaisesti uuttaa, hienontaa ja liuottaa kiintoaineosaset, niin että polymeeri-osaset jäävät jäljelle.

Polymeeriosasten erottamisen jälkeen voidaan nämä seulomalla jakaa raekokojakeiksi.

Keksinnön kohteena on edelleen huokoisia, jauhemaisia polymeeri-osasia, jotka on valmistettu edellä kuvatulla menetelmällä ja joiden näennäistiheys on 0,1-0,3 g/cm^3 , ulkoapäin luoksepäästävä ontelotilavuus on yli 50, edullisesti yli 70% ja raekoko 50-700 μm , edullisesti 50-100 μm .

Keksinnön mukaiset osaset sopivat hydrofobisten aineiden erottamiseen vesipitoisista systeemeistä, erityisesti öljyn erottamiseen; niitä voidaan edullisella tavalla käyttää myös nesteiden imemiseen, erityisesti öljysitomisaineina.

Edelleen ne sopivat lisäaineiksi maaleihin, erityisesti suojamaaleihin.

Niitä voidaan käyttää varsin edullisesti myös kantajina aineille pitkäaikaista vapautusta varten, jolloin niiden käyttö maa- ja metsätaloudessa sekä puutarhanhoidossa on erityisen edullista.

Ne voidaan kuormittaa tuoksuaineilla, kuten hedelmöittymishoukuttimilla hyönteisille.

Vielä eräs varsin edullinen käyttömahdollisuus on huokoisten, jauhemaisten polymeeri-osasten käyttö betonin
5 lisäaineina.

Näiden jauhemaisten, huokoisten polymeeri-osasten valmistus voi yleisesti tapahtua seuraavalla tavalla.

Ensin valmistetaan sopivasta polymeeristä ja inertistä nesteestä kuumentamalla homogeeninen, nestemäinen
10 seos. Polymeeriksi sopii erityisesti polypropyleeni.

Muita sopivia polymeerejä löytyy julkaisusta DE-OS 2 737 745, jossa mainitaan myös sopivia inerttejä nesteitä.

Homogeeninen seos muutetaan sitten sopiviksi kiintoaineosasiiksi. Tämä voi tapahtua esimerkiksi sillä tavalla,
15 että vastaavalle kourulle rakennetaan kiintoaineosasiista patja, jolloin tukisuodatuslevyn käyttö mahdollisesti on suotavaa. Kiintoaineosapatja on tarkoituksenmukaisesti peitetty reikälevyllä, jonka tulee estää, että kiintoaineapatja käsittelyn aikana ei pääse leijumaan. Tämän kiintoaineosapatjan
20 päälle kaadetaan sitten sulate: aikaansaamalla tyhjä voidaan seoksen sisääntunkeutumista edistää. Kiintoaineosapatja kuumennetaan lämpötilaan, joka on käytetyn systeemin hajoamislämpötilan yläpuolella. Heti kun kiintoaineosapatja on kyllästynyt homogeenisella sulatteella, lopetetaan lisääminen;
25 annetaan jäähtyä ja tällöin saadaan kakku, jolla on mureahko konsistenssi.

Tämä hienonnetaan sitten ja käsitellään uuttoaaineella, johon inertti neste on liukoinen.

Kiintoaineosaset ja polymeeriset, huokoiset osaset
30 erotetaan sitten. Tämä voi tapahtua mekaanisella, mutta myös kemiallisella tavalla.

Erikoistapauksissa on mahdollista käyttää uuttoaainetta, joka samanaikaisesti liuottaa myös kiintoaineosaset.

Siten voidaan esim. käytettäessä NN-bis-(2-hydroksietyyli)-heksadekyyliamiinia inerttinä nesteenä käyttää happameksi tehtyä vettä kiintoaineosapatjan uuttoon ja liuotukseen,
35

kun tämä koostuu liukoisesta aineesta, kuten esim. natrium-sulfaatista.

Menetelmää voidaan toteuttaa jatkuvana, annostelemalla esimerkiksi kuumennettuun putkeen samanaikaisesti kiintoaineosasia, kuten suolaa, ja homogeenista seosta. Tavaraa kuljetetaan sitten putken läpi eteenpäin, jolloin seoksen kulkiessa putken läpi lämpötilaa alennetaan. Poistuttuaan putkesta massa hienonnetaan ja uutetaan. Uuttoaine voidaan erottaa suodattamalla. Uutettua massaa käsitellään sitten esim. vedellä tai jollakin muulla aineella ja kuivataan.

Saadut polymeeri-osaset voidaan, jos on tarpeen, vielä lajittelemalla kuten tuuliseparaattorilla tai seuloilla jakaa yksittäisiksi polymeeri-osasjakeiksi.

Oli varsin yllättävää, että keksinnön mukaisesti voidaan saada huokoisia, jauhemaisia polymeeri-osasia erityisen edullisella, taloudellisella tavalla. Polymeeri-osasille on ominaista erittäin edullinen raemuoto, ne ovat erittäin hyvin valuvia ja niillä on hyvin suuri ulkoapäin luoksepäästävä ontelotilavuus sekä suuri sisäinen ulkoapäin luoksepäästävä pinta.

On mahdollista valitsemalla kiintoaineosapatja, erityisesti käyttämällä osasia, joilla on sopiva raekoko, ohjata myös saadun polymeeri-jauheen raekokoa. Erityisen yllättävää oli, että keksinnön mukaisesti on saatavissa huokoinen polymeeri-jauhe, jolla on parantunut pitkäaikainen vapautusvaikutus. Keksinnön avulla tuli nimittäin mahdolliseksi saada polymeeri-osasia, joilla on erilaiset sulkeutumisasteet tai avoimuusasteet, ts. yhdellä ja samalla osalla vuorottelevat pinnat, joissa on hyvin pieniä aukkoja, ja pinnat, joissa on suurempia aukkoja. Tämä tarkoittaa, että osaset, kun ne on kuumentettu aineilla pitkäaikaista vapauttamista varten, luovuttavat näitä aineita pidempänä aikana kuin osaset, joiden koko pinnalla on suuremmat huukokset.

Keksinnön mukaiset osaset sopivat sentähden erityisesti käytettäviksi kantajina aineille pitkäaikaista vapauttamista varten maa- ja metsätalouden alueella sekä puutarhan hoidossa. Niitä voidaan hyvin ruiskuttaa.

Näitä osasia voidaan kuormittaa hivenalkuaineilla; ne ovat myös sopivia kantajiksi lahonestoaineille, nilviäis-
myrkyille, hyönteismyrkyille, kasvimyrkyille, sienimyrkyille,
jyrsijän myrkyille, sukkulamatomyrkyille, levämyrkyille, tor-
5 junta-aineille jne.

Erityisen yllättävää oli, että keksinnön mukaiset polymeeri-osaset sopivat käytettäväksi myös betonin lisäaineina, jolloin erityisesti osaset, joiden raekoko on väliltä
n. 50-70 μm , ovat sopivia. Jos näitä polymeeriosasia sekoi-
10 tetaan edullisesti pienissä määrissä betoniin, on tällä erityisen hyvä käyttäytyminen kylmyyttä vastaan. Siten pelätty repeämän muodostuminen, jota betonilaudoitusta alhaisissa lämpötiloissa purettaessa voi esiintyä, vältetään tai se vähe-
nee huomattavasti.

15 Keksinnön mukaisen menetelmän avulla voidaan edelleen säädellä huokossisältöä, ts. osasten ontelotilavuuden osuutta, erityisesti lisäämällä inertin nesteen osuutta homogeenisessa seoksessa. Sentähden käytetään edullisesti seoksia, jotka sisältävät vähintään 70 % inerttiä nestettä ja enintään
20 30 % polymeeriä.

Yllättävää oli edelleen, että nämä jauheet käytettäessä esimerkiksi maataloudessa tarttuvat hyvin kasvien lehtiin, koska niillä ilmeisesti ulkoisen rakenteensa perusteella on
hyvä tarttuvuus kasvien pinnoille. Tällä perusteella on mah-
25 dollista saada kasveille pitkäaikaisempi suojavaikutus.

Keksintöä valaistaan lähemmin seuraavalla esimerkillä:

Esimerkki 1

240 g N,N-bis-(2-hydroksietyyli)-heksadekyyliamiinia ja 60 g polypropyleeniä pph 1050 (musta 12, Hoechst AG) kuumennetaan 260°C:seen sekoittaen lasipullossa. 260°C:teinen
30 kuuma sulate kaadetaan imusuodattimelle, jolla on 900 g 240°C:seen kuumennettua natriumsulfaattia.

Tyhjiön avulla imetään kuuma sulate suolakerrokseen. 2 tunnin kuluttua on suolakakku jäähtynyt ja hienonnetaan li-
35 säten etanolia 2 minuuttisella jauhamisella Starmix-laitteessa. Näin saatu seos imusuodatetaan. Suodattimelle jäänyt nat-

riumsulfaatti liuotetaan vedellä ja erotetaan siten jauheesta. Kuivattu jauhe jaetaan senjälkeen yksittäisiksi jakeiksi.

Jauhetta voidaan luonnehtia seuraavasti:

5 Osaskoko:

	Jae 1	400 μm	(suurempi kuin)	2,05 %
	Jae 2	315 μm	(suurempi kuin)	0,54 %
	Jae 3	200 μm	(suurempi kuin)	5,40 %
	Jae 4	100 μm	(suurempi kuin)	42,28 %
10	Jae 5	50 μm	(suurempi kuin)	39,70 %
	Jae 6	50 μm	(pienempi kuin)	10,03 %

Näennäistiheyden määrittämisen jälkeen laskettiin jakeilla 100-200 μm huokostilavuudeksi 57 %. Suuremmilla osilla on suurempi tilavuusosuus.

15 Esimerkki 2

Jauhemaisten, huokoisen polyamidi-6-jauheen valmistus.

117 g polyamidi-6-granulaattia pidetään yhdessä 504 g:n kanssa propyleenikarbonaattia noin yhden tunnin ajan 200°C:ssa, jolloin muodostuu kirkas liuos. Liuokseen lisätään sitten
 20 2050 g natriumsulfaattia pienissä erissä 30 minuutin aikana. Seos homogenisoidaan sekoittamalla, jäähdytetään huoneen lämpötilaan, esihienonnetaan spaatelilla ja sitä sekoitetaan sekoittimessa (Starmix) kolme kertaa noin 3 minuutin ajan lisä-
 25 toidaan pois. Sen jälkeen suola liuotetaan veteen ja polyamidijauhe suodatetaan erilleen. Suodatuksen jälkeen jauhe kuivataan 50°C:ssa vakuumissa (noin 20 torria) muutamia tunteja. Tällä tavalla valmistetun jauheen huokostilavuus on yhteensä 60 %.

30 Jauheen hiukkaskokojakautuma määritettiin, jolloin saatiin seuraavat tulokset:

	$\leq$	50 μm	:	6,5 %
	$\leq$	100 μm	:	10,1 %
	$\leq$	200 μm	:	34,8 %
35	$\leq$	315 μm	:	22,8 %
	$\leq$	400 μm	:	13,8 %
	$\leq$	400 μm	:	12,0 %

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä jauhemaisten, huokoisten polymeeriosasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että homogeeninen
5 seos, jossa on vähintään kaksi komponenttia, joista toinen on sulava polymeeri ja toinen komponentti on polymeerin suhteen inertti neste ja molemmat komponentit muodostavat binäärisen systeemin, jolla nestemäisessä tilassa on täydellisen sekoittuvuuden alue ja epätäydellisen sekoittuvuuden alue, saatetaan
10 lämpötilassa, joka on seoksen hajoamislämpötilan yläpuolella, kiintoaineosasta koostuvaan patjaan, jäähdytetään lämpötilaan, joka on polymeerin jähmettymislämpötilan alapuolella seoksessa ja hienonnetaan tällöin saatu kakkumainen massa ja erotetaan polymeerinen aines inertistä nesteestä ja kiintoaine-
15 osasta.

2. Vaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään kiintoaineosapatjaa, joka koostuu osasista, joiden suuruus on 50-5000 μ m.

3. Vaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään pienistä lasikuulista koostuvaa kiintoaineosapatjaa.

4. Vaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kiintoaineosana käytetään suolaa.

5. Vaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että suolana käytetään natriumsulfaattia.

6. Vaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään natriumsulfaattia, jonka raekoko on 50 - 400 μ m.

7. Jonkin vaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polymeerinä käytetään polypropyleeniä

8. Vaatimuksen 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polymeerinä käytetään polypropyleeniä ja inerttiä nesteenä N,N-bis-(2-hydroksietyyli)-heksadekyyliamiinia.

9. Vaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että saadusta kakusta uutetaan inertti neste, hienonnetaan kakku ja erotetaan lasikuulat ja polymeeriosaset tiheuseronsa perusteella.

10. Vaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että erottaminen suoritetaan liettämällä veteen.

11. Vaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että saatu kakku ensin hienonnetaan ja uutetaan sitten.

5 12. Vaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että saatu kakku hienonnetaan ja uutetaan samanaikaisesti.

13. Vaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kakku uutetaan, kiintoaineosat liuotetaan ja kakku
10 hienonnetaan samanaikaisesti.

14. Jonkin vaatimuksen 1-13 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että jauhemaiset, huokoiset polymeeriosaset inertin nesteen ja kiintoaineosasten erottamisen jälkeen seulomalla jaetaan raekokojakeisiin.

15 15. Huokoiset, jauhemaiset polymeeriosaset, t u n n e t t u siitä, että ne on saatu menetelmällä, jossa homogeeninen seos, jossa on vähintään kaksi komponenttia, joista toinen on sulava polymeeri ja toinen komponentti on polymeerin suhteen inertti neste ja nämä molemmat komponentit muodostavat binäärisen systeemin, jolla nestemäisessä aggregaattitilassa on täydellisen sekoittuvuuden alue ja alue, jossa on sekoittuvuusaukko, saatetaan lämpötilassa, joka on seoksen hajoamislämpötilan yläpuolella, kiintoaineosasista koostuvaan patjaan, jäähdytetään lämpötilaan, joka on polymeerin jähmettymislämpötilan
20 alapuolella seoksessa ja hienonnetaan tällöin saatu kakkumainen massa ja erotetaan polymeerinen aines inertistä nesteestä ja kiintoaineosasista.

16. Vaatimuksen 15 mukaiset huokoiset, jauhemaiset polymeeri-osaset, t u n n e t t u siitä, että niiden näennäistiheys on 0,1 - 0,3, ulkoapäin luoksepäästävä ontelotilavuus yli
30 50 tai yli 70% ja raekoko 50 - 700 μ m.

17. Vaatimuksen 15 tai 16 mukaiset huokoiset, jauhemaiset polymeeri-osaset, t u n n e t t u siitä, että niiden raekoko on väliltä 50 - 100 μ m.

35 18. Jonkin vaatimuksen 15-17 mukaisten huokoisten, jauhemaisten polymeeriosasten käyttö hydrofobisten aineiden erottamiseen vesipitoisista systeemeistä.

19. Vaatimuksen 18 mukainen huokoisten jauhemaisten polymeeri-osasten käyttö öljyn erotukseen.

20. Jonkin vaatimuksen 15-17 mukaisten huokoisten, jauhe-
maisten polymeeri-osasten käyttö nesteeseen imemiseen.

5 21. Vaatimuksen 20 mukainen huokoisten, jauhemaisten polymeeri-osasten käyttö öljynsitomisaineena.

22. Jonkin vaatimuksen 15-17 mukaisten huokoisten, jauhe-
maisten polymeeri-osasten käyttö lisäaineena maaleihin.

10 23. Vaatimuksen 22 mukainen huokoisten, jauhemaisten polymeeri-osasten käyttö lisäaineena suojamaaleihin.

24. Jonkin vaatimuksen 15-17 mukaisten huokoisten, jauhe-
maisten polymeeri-osasten käyttö kantajana aineille aineiden
pitkäaikaista vapauttamista varten.

15 25. Vaatimuksen 24 mukainen huokoisten, jauhemaisten polymeeri-osasten käyttö maa- ja metsätaloudessa sekä puutarhan hoidossa.

26. Vaatimuksen 25 mukainen käyttö tuoksuaineiden kantajana.

20 27. Vaatimuksen 26 mukainen käyttö sukupuolihoukuttimien kantajana hyönteisille.

28. Jonkin vaatimuksen 15-17 mukaisten huokosten, jauhe-
maisten polymeeri-osasten käyttö betonin lisäaineena.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av porösa polymerpartiklar i pulverform, k ä n n e t e c k n a t därav, att en homogen blandning av minst två komponenter, varvid den ena komponenten är en smältbar polymer och den andra komponenten är en i förhållande till polymeren inert vätska och de båda komponenterna bildar ett binärt system, som i flytande tillstånd uppvisar ett område med fullständig blandbarhet och ett område med ofullständig blandbarhet, vid en temperatur över blandningens sönderdelningstemperatur bringas i en bädd av fastämnepartiklar, avkyls till en temperatur under stelningstemperaturen av polymeren i blandningen, och den därvid erhållna kakartade massan finfördelas och polymer-substansen separeras från den inerta vätskan och fastämnepartiklarna.

2. Förfarande enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det används en bädd av fastämnepartiklar med en storlek från 50 till 5000 μm .

3. Förfarande enligt kravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att det används en fastämnepartikelbädd, som består av små glaskulor.

4. Förfarande enligt kravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att som fastämnepartiklar används ett salt.

5. Förfarande enligt kravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att som salt används natriumsulfat.

6. Förfarande enligt kravet 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att det används natriumsulfat med en kornstorlek från 50 till 400 μm .

7. Förfarande enligt något av kraven 1-6, k ä n n e t e c k n a t därav, att som polymer används polypropylen.

8. Förfarande enligt kravet 7, k ä n n e t e c k n a t därav, att som polymer används polypropylen och som inert vätska N,N-bis-(2-hydroxietyl)-hexadekylamin.

9. Förfarande enligt kravet 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att den inerta vätskan extraheras ur den erhållna kakan, kakan finfördelas och glaskulorna och polymerpartiklarna separeras på grund av deras täthetsskillnad.

10. Förfarande enligt kravet 9, k ä n n e t e c k n a t därav, att separeringen utförs genom uppslamning i vatten.

11. Förfarande enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den erhållna kakan först finfördelas och sedan
5 extraheras.

12. Förfarande enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den erhållna kakan finfördelas och extraheras sam-
tidigt.

13. Förfarande enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den erhållna kakan extraheras, fastämnepartiklarna
10 upplöses och kakan finfördelas samtidigt.

14. Förfarande enligt något av kraven 1-13, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att de porösa polymerpartiklarna i pul-
verform efter separering av den inerta vätskan och fastämne-
15 partiklarna uppdelas i kornstorleksfraktioner genom sällning.

15. Porösa polymerpartiklar i pulverform, k ä n n e -
t e c k n a d e därav, att de har erhållits medelst ett för-
farande, vari en homogen blandning av minst två komponenter,
varvid den ena komponenten är en smältbar polymer och den andra
20 komponenten är en i förhållande till polymeren inert vätska
och de båda komponenterna bildar ett binärt system, som i fly-
tande tillstånd uppvisar ett område med fullständig blandbar-
het och ett område med ofullständig blandbarhet, vid en tempe-
ratur över blandningens sönderdelningstemperatur bringas i en
25 bädd av fastämnepartiklar, avkyls till en temperatur under
stelningstemperaturen av polymeren i blandningen, och den
därvid erhållna kakartade massan finfördelas och polymer-subs-
tansen separeras från den inerta vätskan och fastämnepartiklar-
na.

30 16. Porösa polymerpartiklar i pulverform enligt kravet
15, k ä n n e t e c k n a d e därav, att de har en skenbar
täthet från 0,1 till 0,3, en utifrån tillgänglig tomrumsvolym
över 50 eller över 70% och en kornstorlek från 50 till 700 μm .

35 17. Porösa polymerpartiklar i pulverform, enligt kravet
15 eller 16, k ä n n e t e c k n a d e därav, att de har en
kornstorlek mellan 50 och 100 μm .

18. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt något av kraven 15-17 för separering av hydrofoba substanser ur vattenhaltiga system.

5 19. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt kravet 18, för separering av olja.

20. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt något av kraven 15-17 för uppsugning av vätskor.

21. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt kravet 20 som oljebindemedel.

10 22. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt något av kraven 15-17 som tillsats för målfärger.

23. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt kravet 22 som tillsats för skyddande målfärger.

15 24. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt något av kraven 15-17 som bärare för substanser för långtidig frigivning av substanser.

25. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt kravet 24 i lant- och skogsbruk och trädgårdsodling.

26. Användning enligt kravet 25 som bärare av doftämnen.

20 27. Användning enligt kravet 26 som bärare av sexuallockämnen för insekter.

28. Användning av porösa polymerpartiklar i pulverform enligt något av kraven 15-17 som tillsatsämne för betong.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

25

Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE) 1 694 038 (C 08 j 1/07).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 68 639 (C 08 J 9/28). USA(US) 3 607 793 (C 08 f 3/08).

30

35