

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 753582 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 753582

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
B27K 3/32

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 18.12.1975

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 18.12.1975

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 19.06.1977

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Lilla, Allen George, P.O. Box 2444 Orlando, Florida, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Lilla, Allen George, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Ruska & Co Oy, Runeberginkatu 5, 00100 Helsinki

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

Menetelmä paikan päällä muodostaa liukenemattomia metallisilikaatteja puuaineiden huokosiin palonkestävyyden ja säilymisominaisuuksien parantamiseksi

Förfarande för att på stället bilda ouplösliga metallsilikater i porer i trämaterialer för att öka brandsäkerhet och preservingsegenskaper

Menetelmä liukenemattomien metallisilikaattien muodostamiseksi paikalla puuainesten huokosiin palonkestävyyden ja säilymistason lisäämiseksi

Färfarande för att på stället bilda oupplösliga metallsilikater i porer i trämateriale för att öka brandsäkerhet och preservingsegenskaper

Keksinnön käyttöalue käsittää menetelmät puun ja muiden huokoisten palavien aineiden käsittelemiseksi ja sen yleisenä tarkoituksena on tehdä aineet palamattomimmiksi ja vastustuskykyisiksi tuholaishyönteisiä, sieniä ja lahoamista vastaan.

On tunnettua käsitellä puuta ja puutuotteita, kuten lastulevyjä, pahvia, kartonkia ja sentapaisia aikaisemmin kehitettyjen tekniikkojen mukaan antamiseksi niille suojaavat ominaisuudet ympäristön ja hyönteisten vahingollisia vaikutuksia vastaan.

Tämän saavuttamiseksi kemikaaleja, kuten kreosoottia, kuparinaftanaattia, pentakloorifenolia, kromikupariarsenaattia ja muita kemikaaleja saatetaan puutuotteiden pinnoille Yksinkertaisessa tapauksessa kemikaalit pakotetaan huokosiin puuaineeksiin lämmön tai paineen tai kummankin menetelmän avulla. Tämän lisäksi puuta tai puutuotteita on käsitelty aikaisemmin kehitettyjen tekniikkojen mukaan antamiseksi tuotteille suurempi palonkestävyys.

Mitä tulee edellä mainittujen suojaavien kemikaalien käyttöön, nämä eivät lisää tarpeeksi suuressa määrässä palonkestävyyttä ja yksinkertaisissa tapauksissa näin käsiteltyjen puutuotteiden palonkestävyys huononee. US-patentissa Robinson tekee tunnetuksi painemenetelmän puuta olevien rakennusaineiden, kuten kattopäällysteiden käsittelemiseksi. Menetelmässä Robinson käyttää puuainesten painekyllästystä natriumsilikaatilla, mitä seuraa yksi ainoa painekyllästys ammoniumsulfaatin heikosti happamalla

liuoksella, joka kemiallisella reaktiolla muodostaa piihappoa, joka saostuu puuaineksen huokosiin.

US-patentissa Sala tekee tunnetuksi puuainesten maalaamisen liukenemattomalla magnesiumsilikaatilla, mikä lisää palonkestävyyttä. Liukenematon silikaatti muodostetaan ensin maalaamalla puun pinta kalsiumsilikaattiliuoksella ja sen jälkeen maalaamalla magnesiumsulfaattiliuoksella tai magnesiumkloridiliuoksella, minkä jälkeen puuaineksen pinnalle muodostuu magnesiumsilikaattia.

US-patentissa Hopkinson tekee tunnetuksi, että aineet, jotka lisäävät palonkestävyyttä muodostuvat olennaisesti veteen liukenemattomista metallisuoloista. Samantapaisia tietoja kuin mitä käy selville edellä mainituissa Robinsonin, Salan ja Hopkinsonin patenteissa on esitetty myöskin seuraavissa US-patenteissa: 1 271 506 (Ferguson), 2 420 644 (Athy ja kumpp.), 1 643 116 (Felix), 671 548 (Gordon), 683 212 (Lacey), 3 281 318 (Stutz), 3 306 765 (Du Fresne) ja 3 663 355 (Shimitzu).

Lisäksi Chandler on tehnyt tunnetuksi US-patentissa 1 994 752 muodostaa paikalla liukenematonta kuparisilikaattia puualustoihin myrkylliseksi monen tyyppisiä hyönteisiä vastaan.

Tämän keksinnön erityisenä tarkoituksena on aikaansaada menetelmä liukenemattoman hydratoitun metallisilikaatin saattamiseksi lukuisiin huokosiin tuotteen tekemiseksi palonkestävämmäksi ja vastustuskykyiseksi ympäristön ja tuholaishyönteisten aiheuttamia vahinkoja vastaan. Tämä menetelmä käsittää puutuotteen pintojen päällystämisen vesiliukoisella silikaattivalmisteella ja puutuotteen käsittelyn tavalla, joka pakottaa liukoisen silikaatin huokosiin. Sen jälkeen tulee vesiliukoisen metallisuolavalmisteen saattaminen puutuotteen pinnalle ja käsittely tavalla, joka pakottaa metallisuolavalmisteen huokosiin. Vesiliukoinen silikaatti ja metallisuola muodostavat hydratoitua veteen liukenematonta metallisuolaa huokosiin. Ylimääräisen veden ja happaman vesiliukoisen suolan johdosta näin käsitelty vesi on käyttökelpoinen ja valmis täyttämään huokosia edelleen.

Tämän keksinnön sovellutusesimerkkejä on esitetty seuraavassa.

Esimerkki 1

Koestusaineina olivat kanadalaista kuusta olevat puukappaleet, joiden pituus oli noin 300 mm, leveys noin 30 mm ja paksuus noin 4 mm. Nämä puukappaleet ovat helposti palavia ja hyvin huokoisia, huokoisuuden ollessa noin 15 %. Koestuskappaleet pantiin ^{SODIUM SILICATE} tunniksi ^{IN WATER} natriummetallisilikaatin 10 %:seen vesiliuokseen ja sen jälkeen kuivattiin ^{call} yksi tunti lämpötilassa noin 121°C. Tämän jälkeen kappaleet pantiin tunniksi kalsiumkloridin happamaan vesiliuokseen ja sitten ne kuivattiin yksi tunti lämpötilassa noin 121°C. Koska paineretorttia ei ollut käytettävissä, tämä menetelmä edellä mainitun mukaan toistettiin kaksitoista kertaa sopivan tunkeutumismäärän ja hydraattiveden riittävän muodostumisen varmistamiseksi tuloksena olevaan liukenemattomaan kalsiumsilikaattikoostumukseen. Kuitenkin on selvää, että alan asiantuntijat voivat välttää nämä

toistamiset käyttämällä laitteita, jotka ovat tavallisia kyllästysteollisuudessa, käyttämällä esimerkiksi painesyylinteriä liuoksen pakottamiseksi puuaineen huokosiin halutussa määrässä. Näiden liukoisten yhdisteiden pakottaminen puutuotteiden sisään voidaan tehdä helpommaksi kuumentamalla eri vaiheissa. Tämän johdosta tässä yhteydessä sana "pakottaminen" ei ole rajoitettu käsittämään yksinomaan paine- ja/tai lämpökäsittelyä. Sillä ymmärretään edelleen lisäksi sitä, että tuloksena oleva reaktio natriumsilikaatin ja kalsiumkloridin välillä tulee tapahtumaan, kun vallitsevat olosuhteet mahdollistavat sen. Kyllästetyt puukappaleet ja käsittelemättömät puukappaleet asetettiin vierekkäin pystysuoraan asentoon ja sen jälkeen propaanilaitteesta tuleva liekki suunnattiin jokaista puukappaletta vastaan järjestyksessä 10 sekunnin jaksoiksi, siksi kunnes syttyminen tapahtui. Jokainen käsittelemätön puukappale syttyi ensimmäisestä toisen jakson aikana (10-20 sekuntia) ja paloi loppuun, jolloin jäljelle jäi musta hiiltynyt jäännös. Jokainen kyllästetty puukappale tarvitsi noin 5 jaksoa (50 sekuntia) syttyäkseen. Kun liekki etäännytettiin syttymisen jälkeen, palaminen lakkasi heti. Siitä huolimatta, että pinta paloi osittain, liekki ei levinnyt koko puukappaleeseen eikä sen takapintapalanut. Edellä selitetty koe toistettiin monta kertaa tarkalleen samalla tuloksella.

Esimerkki 2

Esimerkissä 1 selitettyä menetelmää käytettiin jälleen tässä kokeessa sillä eroavaisuudella, että hapon muodosti kalsiumkloridiliuoksen sijasta 10 %:nen sinkkikloridin vesiliuos. Reaktiosta saatu tuote oli hydratoitu, liukenematon sinkkisilikaatti, joka oli saostunut puuaineeseen huokosiin. Sama sytytysmenetelmä antoi saman tuloksen kuin edellä mainittu.

Esimerkki 3

Yksi osa natriumsilikaattia ja yksi osa kalsiumkloridia liuotettiin kumpikin veteen. Nämä liuokset sekoitettiin, minkä jälkeen tapahtui nopea reaktio ja muodostui kalsiumsilikaattia. Tämä reaktio oli seuraava: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{CaCl}_2 \rightarrow \text{CaSiO}_3\downarrow + \text{NaCl}$. Sakka suodatettiin, kuivattiin ja punnittiin. Tämä paino oli suurempi kuin oli odotettu teoreettisen painon perusteella. Sakka pestiin lämpimällä vedellä liiallisen suolan poistamiseksi, sitten suodatettiin, kuivattiin ja punnittiin jälleen. Tällöin sakka osoitti noin 5 %:n painon lisäystä. Koska kaikki suola oli poistunut, oli selvää, että painon lisäys johtui hydraattiveden muodostumisesta. Tästä voidaan johtopäätöksenä nähdä, että puuaineen vesikäsittely voi muodostaa ylimääräistä hydraattivettä.

Esimerkki 4

Esimerkeissä 1 ja 2 selitettyjen, silikaatilla kyllästettyjen puukappaleiden kokeet säilymisominaisuuksien todistamiseksi suoritettiin neljässä erilaisessa olosuhteessa, nimittäin maahan haudattuna, liejuun haudattuna, upotettuna meriveteen ja alustan päällä vapaassa ilmassa yhden vuoden aikana. Tarkistuskoekappaleina käytettiin käsittelemättömiä puukappaleita, jotka oli käsitelty pentakloorifenolilla ja kromikupariarsenaatilla. Tulokset osoittivat, että kalsiumsilikaatilla ja sinkkisilikaatilla

kyllästetyillä puukappaleilla oli samanlaiset tai paremmat säilytysominaisuudet kuin pentakloorifenolilla ja kromikupariarsenaatilla kyllästetyillä puukappaleilla kaikissa tapauksissa ja ehdottomasti paremmat säilymisominaisuudet kuin käsittelemättömällä puulla. Edellä mainituissa esimerkeissä 1 ja 2 käytetty menetelmä antaa tulokseksi hydratoidun liukenemattoman metallisilikaatin huokosiin ja läpeensä koko puuainekseen. Kuten edellä on mainittu, aikaisempi kehitys antaa tietoja valmistettaessa samantapaisia pintalisäyksiä, mutta tällaiset pintamaalaukset eivät anna tarvittavaa palonkestävyyttä läpeensä koko puuainekseen. Esimerkissä 1 mainitun liukenemattoman kalsiumsilikaatin sulamispiste on 1540°C ja liukenemattoman silikaatin sulamispiste on 1437°C . Useimpien puulaatujen syttymislämpötila on noin 2000°C . Kun tämän keksinnön mukaan käsitellyt puuaineet syttyvät, sulaa sen tähden tasaisesti jakautunut liukenematon metallisilikaatti ja vapauttaa sidottua hydraattivettä. Hydraattiveden tämä vapautuminen tulee tehokkaammaksi, kun ylimääräinen vesi on sidottu, kuten edellä on selitetty esimerkissä 3. Metallisilikaattien yhteensulaminen, mikä muodostaa lasia, estää myöskin tulen leviämistä ja lisää palonvastustuskykyä. Ylimääräinen vesi, joka johdetaan liukenemattomaan metallisilikaattiin, lisää mittojen säilyvyyttä. Tällä tavalla käsitellyt puuaineet vääntyvät^{vähän}, kun hydratoitu liukenematon metallisilikaatti täyttää puun huokokset ja estää ylimääräisen veden tunkeutumisen puun sisään kieroutumisen, ja aikaansaa mittojen säilymisen.

Mitä tulee säilymiseen, niin edellä mainitut koostumukset estävät tuholaishyönteisten ja sienien vaikutuksen sekä lahoamisen, kun huokokset on täytetty eivätkä nämä organismit todennäköisesti voi käyttää näitä metallisilikaatteja.

Vaikka kalsiumsilikaatti ja sinkkisilikaatti ovat niitä metallisilikaatteja, jotka on esitetty edellä, on todennäköistä, että voidaan käyttää myöskin alumiini-, antimoni-, lyijy-, kromi-, barium-, kupari-, ^{BOORON}boori- ja elohopeasilikaatteja. Vesiliukoista kalsiumsilikaattia voidaan käyttää esimerkeissä 1 ja 2 esitetyn natriumsilikaatin sijasta. Vaikka on mainittu metallisilikaatit, niin on selvää, että voidaan käyttää muitakin erilaisia silikaatteja, kuten seskvisilikaatteja tai ortosilikaatteja, samoin kuin silikaatteja yleensä. Luonnollisesti on selvää, että prosessi voidaan suorittaa kääntäen ja siten, että puuaines ensin käsitellään happoliukoisella metallisuolalla.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä muodostaa paikalla liukenemattomia metallisilikaatteja puuainesten huokosiin palonkestävyyden ja säilymistason lisäämiseksi, t u n n e t t u siitä, että menetelmä huokoisen, palavan aineen käsittelemiseksi, jossa on lukuisia sisäisiä huokosia, muodostaa seuraavat vaiheet: vesiliukoisen silikaattikoostumuksen saattamisen mainitun aineen pinnalle ja mainitun aineen käsittelemisen mainitun vesiliukoisen silikaatin pakottamiseksi mainittuihin sisäisiin huokosiin ja mainitun vesiliukoisen koostumuksen kuivaamisen ja siten tilan tekemisen vesiliukoista metallisuolaa

varten mainittuihin huokosiin ja mainitun vesiliukoisen metallisuolakoostumuksen saattamisen mainitun aineen pinnalle ja mainitun aineen käsittelyä mainitun metallisuolakoostumuksen pakottamiseksi mainittuihin huokosiin, jolloin mainittu vesiliukoinen metallisuola reagoi ja muodostaa hydratoituneeseen veteen liukenemattoman metallisilikaatin mainittuihin huokosiin, joissa mainittua vesiliukoista silikaattia ja mainittua vesiliukoista metallisuolaa on läsnä riittävässä määrissä, niin että mainittu veteen liukenematon silikaatti tekee mainitun aineen palonkestäväksi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ainakin yhden käsittelyvaiheen muodostaa mainitun aineen painekyllästys yhden mainitun koostumuksen lisäyksen jälkeen.

3. Patenttivaatimuksen 1-2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ainakin yhden mainitun käsittelyvaiheen muodostaa mainitun aineen kuumentaminen yhden mainitun koostumuksen lisäyksen jälkeen huomattavasti huoneen lämpötilan yläpuolelle ja huomattavasti mainitun liukenemattoman metallisilikaatin sulamispisteen sekä mainitun aineen syttymislämpötilan alapuolelle.

4. Patenttivaatimuksen 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ainakin yhden käsittelyvaiheen muodostaa mainitun aineen kuumentaminen yhden mainitun koostumuksen lisäyksen jälkeen lämpötilaan huoneen lämpötilan yläpuolelle ja huomattavasti mainitun liukenemattoman metallisilikaatin sulamispisteen ja mainitun aineen syttymislämpötilan alapuolelle ja samanaikainen sen painekyllästys.

5. Patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitun vesiliukoisen silikaattikoostumuksen muodostaa oleellisesti natriummetallisilikaatti.

6. Patenttivaatimuksen 1-5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitun vesiliukoisen metallisuolan muodostaa olennaisesti kalsiumkloridi ja mainitun liukenemattoman metallisilikaatin muodostaa kalsiumsilikaatti.

7. Patenttivaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitun liukoisen metallisuolan muodostaa olennaisesti sinkkikloridi ja mainitun liukenemattoman metallisilikaatin muodostaa sinkkisilikaatti.

8. Patenttivaatimuksen 1-7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu liukenematon metallisilikaatti kuivataan sen jälkeen kun se on muodostettu.

9. Patenttivaatimuksen 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu kuivaus suoritetaan lämpötilassa, joka on alempi kuin missä mainitun liukenemattoman metallisilikaatin hydraattivesi vapautuu.

10. Patenttivaatimuksen 1-9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitun metallisilikaatin sulamispistelämpötila on alempi kuin mainitun puuaineksen syttymislämpötila.

PATENTKRAV 28

1. Sätt att in situ framställa olösliga metallsilikat i trä-materials porer för att öka brandhårdigheten och konserveringsförmågan k ä n n e t e c k n a t av att sättet att behandla ett poröst brännbart material med många inre porer omfattar följande moment: att anbringa en vattenlöslig silikatkomposition på dessa materials yta och att behandla materialet så att det vattenlösliga silikatet drivs in i de inre porerna och att torka den vattenlösliga kompositionen och göra plats för ett vattenlösligt metallsalt i porerna och påföra den vattenlösliga metallsaltkompositionen på materialens yta och att behandla materialet så att metallsaltkompositionen drivs in i porerna varvid det vattenlösliga metallsaltet reagerar och bildar ett hydratiserat vattenolösligt metallsilikat i porerna där det vattenlösliga silikatet och det vattenlösliga metallsaltet förekommer i tillräckliga mängder, så att det vattenolösliga silikatet gör materialet mera brandhårdigt.

2. Sätt enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att minst ett av behandlingsstegen består i tryckimpregnering av materialet efter tillsats av en av de angivna kompositionerna.

3. Sätt enligt patentkraven 1 - 2, k ä n n e t e c k n a t av att minst ett av de angivna behandlingsstegen består i att materialen upphettas, efter det att en av kompositionerna tillsatts, väl över rumstemperatur och väl under det olösliga metallsilikatets smältpunkt och materialets antändningstemperatur.

4. Sätt enligt patentkraven 1 - 3, k ä n n e t e c k n a t av att minst ett av behandlingsstegen består i att materialet upphettas efter det att en av kompositionerna tillförts, till en temperatur väl över rumstemperatur och väl under det olösliga metallsilikatets smältpunkt och materialets antändningstemperatur och att det samtidigt tryckimpregneras.

5. Sätt enligt patentkraven 1 - 4, k ä n n e t e c k n a t av att den vattenlösliga silikatkompositionen huvudsakligen består av natriummetasilikat.

6. Sätt enligt patentkraven 1 - 5, k ä n n e t e c k n a t av att det vattenlösliga metallsaltet väsentligen består av kalciumklorid och det olösliga metallsilikatet består av kalciumsilikat.

7. Sätt enligt patentkraven 1 - 6, k ä n n e t e c k n a t av att det lösliga metallsaltet väsentligen består av zinkklorid och det olösliga metallsilikatet består av zinksilikat.

8. Sätt enligt patentkraven 1 - 7, k ä n n e t e c k n a t av att det olösliga metallsilikatet torkas efter framställningen.

9. Sätt enligt patentkraven 1 - 8, k ä n n e t e c k n a t av att man torkar vid lägre temperatur än den då hydratiserat vatten frigöres ur det olösliga metallsilikatet.

10. Sätt enligt patentkraven 1 - 9, k ä n n e t e c k n a t av att metallsilikatet har väsentligt lägre smältpunktstemperatur än trämaterialens antändningstemperatur.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

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

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien _____

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige _____

Saksa - BRD - Tyskland _____

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA P 963.810, 1.959.966, 1.994.752, 2.343.186

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

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

6/7-81 

Allekirjoitus