

Brevet N°

85766

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG

BL-3694/vdw

du 8-2-1985

Titre délivré : 24 JUL. 1985



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

Armstrong World Industries Inc., Liberty & Charlotte Streets, (1)
Lancaster, PA 17604 / USA, représentée par MM. Freylinger Ernest T.
& Meyers Ernest, ing. cons. en propr. ind., 46 rue du Cimetièrre, (2)
b.p. 1153, Luxembourg, agissant en qualité de mandataires
dépose(nt) ce huit février mil neuf cent quatre-vingt-cinq (3)
à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :

" Verbundschichtkörper "

2. la délégation de pouvoir, datée de Lancaster le 24-1-1985
3. la description en langue allemande de l'invention en deux exemplaires;
4. / planches de dessin, en deux exemplaires;
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,

le onze janvier mil neuf cent quatre-vingt-cinq

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :

- Jeffery Lee Barrall, 2347 Henbird Lane, Lancaster, PA 17601/ (5) USA
- Ronald Jay Leib, 126 West Roseville Road, Lancaster, PA 17601/USA
- Debra Lynne Morris, 437 Winthrop Drive, Lancaster, PA 17603 /USA

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de (6) brevet déposée(s) en (7) aux USA

le douze mars mil neuf cent quatre-vingt-quatre sous le no. 588,577 (8)

au nom de Jeffery Lee Barrall, Ronald Jay Leib, Debra Lynne Morris (9)

élit(é lisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg 46 rue du Cimetièrre (10)

solicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à // mois. (11)

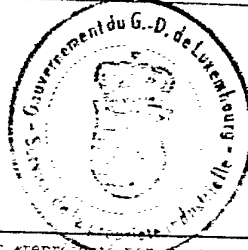
Je l'un des mandataires

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

8-2-1985

à 15.00 heures



Pr. le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes,
p. d.

A 65307

(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il a lieu «représenté par...» agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7) pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois

Prioritätsbeanspruchung einer Patentanmeldung
eingereicht in den USA unter Nr. 588,577 am
12.März 1984

PATENTANMELDUNG

Armstrong World Industries Inc.
Liberty & Charlotte Streets
Lancaster, PA 17604 / USA

VERBUNDSCHICHTKÖRPER

Die Erfindung betrifft einen Verbundschichtkörper, ins-
besondere einen für Wände, Trennwände, dekorative Ober-
flächen und dergleichen verwendbaren Verbundschichtkör-
5 per.

Der Aufbau von laminierten Plattenmaterialien war bereits
Gegenstand umfangreicher Untersuchungen in der Industrie.
Insbesondere ist nach Stoffen gesucht worden, die gerin-
ges Gewicht aufweisen, gut aussehen sowie robust, dauer-
10 haft und feuerbeständig sind. Die letzteren Eigenschaf-
ten haben besondere Aufmerksamkeit auf sich gezogen. Die
Innenflächen von Gebäuden, Flugzeugen, Autos und der-
gleichen werden häufig aus organischen Stoffen herge-
stellt. Wenn diese Wärme oder Feuer ausgesetzt sind,
15 wird toxischer Rauch frei, der in vielen Fällen zur Er-
stickung oder bei den diesem Rauch ausgesetzten Personen
zu schweren Lungenschäden führt. Die Industrie hat daher
viel Zeit und Anstrengungen für den Versuch aufgewandt,
Produkte zu entwickeln, die sämtliche erwähnten Eigen-
20 schaften aufweisen, jedoch bei Feuereinwirkung keinen
toxischen Rauch entwickeln.

Bekannt ist eine Anzahl von Druckschriften, die sich mit
den Möglichkeiten der Herstellung von feuerbeständigen
Produkten beschäftigen. So z.B. beschreibt die US-PS
25 2 744 589 Wandplatteneinheiten, die eine isolierte Platte
enthalten, wobei der Kern doppelt isoliert ist. Als Iso-
liermaterialien werden Steinwolle und Gipsplatten an-
gegeben. In ähnlicher Weise beschreibt auch die US-PS
3 466 222 ein Gemisch aus Stoffen, die als solche für die
30 Verwendung als Feuerhemmittel nicht geeignet sind, jedoch

in Kombination Schichtkörper zu bilden vermögen, die feuerbeständig sind.

Die US-PS 4 375 516 beschreibt formhaltige, wasserbeständige phosphatkeramische Stoffe und Verfahren zu
5 ihrer Herstellung. Sowohl geschäumte als auch ungeschäumte Stoffe können nach den in dieser Patentschrift beschriebenen Verfahren hergestellt werden. Die danach hergestellten Produkte sind sehr geeignet für die Verwendung als Wandplatten, Deckenplatten und dergleichen.
10 Außerdem sind diese Produkte feuerbeständig, da sie ausschließlich oder vorwiegend als anorganische Gemische hergestellt werden können.

Dennoch sind die gemäß der zitierten Patentschrift hergestellten Produkte nicht für alle Verwendungszwecke
15 völlig zufriedenstellend, da sie ihrer Natur nach steif sind, d.h. daß die Platten unter Spannung eher dazu neigen zu brechen als sich zu verbiegen.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe besteht somit in der Bereitstellung von anorganischen Platten,
20 die ihrer Natur nach biegsam, jedoch auch fest und dauerhaft sind,

in der Bereitstellung von feuerbeständigen Platten, die bei Wärme- oder Feuereinwirkung quellen und nur wenig oder überhaupt keinen Rauch und keine Dämpfe erzeugen,
25 und

in der Bereitstellung von anorganischen Schichtkörpern, die biegsam sind, selbst wenn sie unter Verwendung von Stoffen ausgeführt werden, die im Stand der Technik als zur Herstellung von steifen Produkten geeignet beschrieben
30 werden werden.



Diese Aufgabe wird durch Schichtstoffe gelöst, die unter Verwendung von verstärkenden und/oder nichtverstärkenden Stoffen in Kombination mit Schichten aus einem Gemisch aufgebaut sind, das gemäß dem Stand der Technik für
5 die Bereitstellung von wasserbeständigen phosphatkeramischen Stoffen geeignet ist. Bei einer bevorzugten Ausführungsform sind die Produkte feuerbeständig, quellen bei Hitze- oder direkter Flammeneinwirkung und erzeugen nur wenig oder überhaupt keinen Rauch. Dennoch sind die-
10 se Produkte zäh, dauerhaft und geeignet für die Erzielung eines dekorativen und ansprechenden Aussehens.

Eine Ausführungsform der Erfindung betrifft einen Verbundschichtkörper, enthaltend zumindest eine Schicht zu-
15 mindest eines Typs von Schichtmaterial, wobei jede Schicht des Schichtmaterials an die angrenzenden Schichten des Schichtmaterials durch ein wasserbeständiges Phosphatbindemittel gebunden ist, erhalten durch Umsetzung eines Gemische, das ein Metalloxid, Calciumsilicat und Phosphorsäure enthält.

20 Eine zweite Ausführungsform der Erfindung betrifft einen feuerbeständigen Verbundschichtkörper, enthaltend eine Vielzahl von Schichten zumindest eines Typs von Schichtmaterial und eine Vielzahl von Schichten eines wasserbeständigen Phosphatbindemittels, erhalten durch Umsetzung
25 eines Gemischs, das ein Metalloxid, Calciumsilicat und Phosphorsäure aufweist, wobei jede Schicht des Schichtmaterials an die angrenzenden Schichten des Schichtmaterials durch das Bindemittel gebunden ist, und dieser Verbundschichtkörper bei Flammen- und/oder Wärmeeinwirkung
30 zu quellen vermag.




Eine dritte Ausführungsform der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bildung eines Verbundschichtkörpers und umfaßt die Stufen der Herstellung von zusammengesetzten Schichten aus zumindest einer Schicht eines Phosphatbindemittelgemischs, das ein Metalloxid, Calciumsilicat und Phosphorsäure aufweist, wobei dieses Gemisch geeignet ist für die Erzielung eines wasserbeständigen Phosphatbindemittels, und zumindest einer Schicht zumindest eines Typs von Schichtmaterial, wobei der Verbundschichtkörper so angeordnet ist, daß die angrenzenden Schichten des Schichtmaterials mit den dazwischenliegenden Schichten des Bindemittelgemischs in Kontakt stehen, und der Härtung des geschichteten Gemischs, gegebenenfalls unter Anwendung von Wärme und/oder Druck.

Die einzigartigen Eigenschaften der Produkte, die erfindungsgemäß hergestellt werden können, sind in erheblichem Maße der Verwendung eines Phosphatbindemittelgemischs zuzuschreiben, das für die Erzielung eines wasserbeständigen phosphatkeramischen Materials geeignet ist. Gemäß der gegenwärtigen Lehre des Standes der Technik sind diese Stoffe für die Herstellung von steifen geschäumten und ungeschäumten phosphatkeramischen Produkten geeignet. Überraschenderweise wurde jedoch gefunden, daß derartige Gemische, als relativ dünne verbindende Schichten angewandt, geeignet sind für die Herstellung von hochbiegsamen Schichtkörpern. Beispiele für Gemische, die geeignet sind für die Erzielung dieses Ergebnisses, werden z.B. in der US-PS 4 375 516 beschrieben. In dieser Patentschrift heißt es, daß Gemische, die Calciumsilikat, Phosphorsäure und ein Metalloxid, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alu-

miniumoxid, Magnesiumoxid, Calciumoxid und Zinkoxid sowie Hydrate davon, enthalten, zur Herstellung von wasserbeständigen Phosphatstoffen umgesetzt werden können. Es wurde jetzt jedoch gefunden, daß auch
5 andere Metalloxide wasserbeständige Phosphatstoffe erzielen lassen. Die Erfindung umfaßt somit sämtliche Gemische, die ein Metalloxid, Calciumsilikat und Phosphorsäure enthalten, mit der Maßgabe, daß diese Gemische unter Erzielung eines wasserbeständigen Stoffes
10 reagieren.

Diese Gemische werden vorzugsweise in relativ dünnen Schichten in einer Dicke in der Größenordnung von ca. 0,025 bis 0,5 mm auf die Oberfläche eines Schichtmaterials aufgebracht, das ein verstärkendes oder ein nicht-
15 verstärkendes Material sein kann. Die Gemische können in normaler Konsistenz aufgebracht werden, können aber auch als mechanisch geschäumte Gemische aufgebracht werden. Sind sehr dünne Beschichtungen oder Schichtkörper von geringem Gewicht erwünscht, so wird die zuletzt
20 genannte Technik bevorzugt, da der Schaum in einer Dicke von ca. 0,025 mm aufgebracht werden kann, wonach die Dicke auf ein geringeres Maß reduziert werden kann, sobald der Schaum zusammenfällt. Als weitere Alternative kann das Bindemittelgemisch diskontinuierlich
25 lich auf Teile des Schichtkörpers aufgebracht werden. Der Ausdruck "Schicht" des Bindemittels umfaßt somit Anwendungsformen, bei denen dieses gleichmäßig und auch ungleichmäßig aufgebracht wird.

Nach der Aufbringung des Bindemittelgemischs kann dann
30 das beschichtete Material gehärtet werden oder es wird mit einer zweiten Schicht desselben oder eines anderen Schichtmaterials beschichtet und danach gehärtet. Die




Härtung kann unter Umgebungsbedingungen durchgeführt werden. Sind jedoch dichtere Produkte erwünscht, kann die Härtung auch unter Druck erfolgen. Außerdem kann zur Beschleunigung des Härtungsprozesses die Wärme
5 auch während der Härtung zugeführt werden.

Für die erfindungsgemäßen Schichtkörper kann eine Vielzahl von Stoffen verwendet werden. So z.B. können Packpapier, Handtuchpapier, Mull, gewebte und nicht gewebte Glasmatten, gewebte und nichtgewebte synthetische
10 Stoffe wie Polyester, Nylon u.a., gehackte Fasern aus verschiedenen Stoffen, Mineralwolle, Drahtnetzgewebe und andere allgemein bekannte Stoffe, allein oder in Kombination als Schichtstoffe verwendet werden. Außerdem können auch nichtverstärkende Stoffe, wie verkittende
15 Stoffe und dergleichen verwendet werden, obwohl diese in den meisten Fällen zu steifen Produkten führen.

Besonders wirksame verstärkende Stoffe zur Verwendung im Gemisch mit Phosphatbindemitteln sind erfindungsgemäß solche, wie sie in der US-PS 4 239 519 beschrieben
20 werden. Die zitierte Patentschrift beschreibt eine Klasse von Stoffen, die hier als "synthetische Glimmerstoffe" bezeichnet werden. Im wesentlichen handelt es sich um Nicht-Asbestpapiere oder -bahnen, die aus Silicatgelen durch Kationenaustauschreaktionen erhalten
25 werden. Stoffe dieses Typs sind für ihre relative Unbeeinflussbarkeit durch hohe Temperaturen bekannt, außerdem weisen sie eine hohe Biegsamkeit auf.

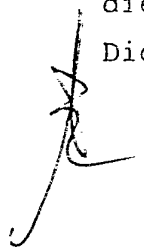
Schichtkörper, die Schichten aus Phosphatbindemitteln und synthetischen Glimmerbahnen umfassen, haben bemerkenswerte Eigenschaften gezeigt. Werden z.B. derartige
30



Verbundstoffe der direkten Flammeneinwirkung ausgesetzt, dann erweisen sich diese nicht nur als feuerbeständig und relativ rauchfrei, sondern zeigen auch Quellungs-
eigenschaften. Die direkte Flammeneinwirkung auf eine
5 Fläche des Schichtkörpers verursacht nämlich eine offensichtliche Schichtentrennung innerhalb des Körpers, was zur Bildung von lufteerfüllten Räumen führt. Diese haben isolierenden Charakter, was starke Temperaturunterschiede zwischen den beiden Seiten eines auf diese Weise
10 getesteten Körpers bewirkt. Obwohl z.B. eine Seite eines relativ dünnen Körpers mit einer Dicke in der Größenordnung von 1,5 mm der direkten Flammeneinwirkung bei einer Temperatur von ca. 1120°C während 1 Minute ausgesetzt wurde, kam es zu einer inneren Quellung,
15 wobei die Temperatur auf der entgegengesetzten Seite des Körpers unter 316°C lag.

Dieses Phänomen beschränkt sich nicht nur auf unter Verwendung von synthetischen Glimmerstoffen aufgebauten Schichtkörpern. So z.B. zeigen auch Packpapier enthaltende Schichtkörper Quellungseigenschaften. Auch diese
20 Schichtkörper zeigen beim Test, wie oben beschrieben, starke Temperaturunterschiede. Der Grund für die Schichttrennung ist noch nicht bis ins letzte geklärt, obwohl angenommen wird, daß dies mit dem im Körper enthaltenen
25 Wasser zusammenhängt.

Neben den quellungsfähigen Schichtkörpern können auch durch Aufnahme eines Drahtsiebes als einer der Schichten wärmeleitende Schichtkörper hergestellt werden. Schichtkörper dieses Typs haben sich als durchaus wirksam bei
30 der Wärmeableitung von der Einsatzstelle erwiesen. Auf diese Weise sind diese Stoffe geeignet für wärmeleitende Dichtungen und dergleichen.



Die Dicke der erfindungsgemäß hergestellten Schichtkörper kann stark variieren. Je nach Wunsch kann der Körper zwischen sehr dünn (z.B. 0,76mm) und sehr dick (z.B. 12,7 mm oder darüber) variieren. Es sind Schichtkörper hergestellt worden, die lediglich aus einer einzigen Schicht eines verstärkenden Stoffes und einer Schicht Phosphatbindemittel bestehen oder aus 37 Verstärkungsschichten und 36 Schichten Phosphatbindemittel. Diese Illustration bedeutet jedoch keine Einschränkung der Zahl der Schichten, aus denen ein Schichtkörper aufgebaut werden kann. Außerdem ist keine Notwendigkeit gegeben, die verstärkenden Stoffe, wie sie zur Herstellung des Schichtkörpers verwendet werden auf einen einzigen Typ zu beschränken. Es können auch Gemische bzw. Kombinationen von verstärkenden Stoffen vorteilhaft sein.

Weitere Vorteile der Erfindung werden nachfolgend anhand von Beispielen deutlich, die lediglich illustrierenden und nicht einschränkenden Charakter haben.

20

BEISPIELE

Beispiel 1

Ein Phosphatbindemittel wurde aus folgenden Komponenten hergestellt:

Komponenten	Gewicht (g)
$Al_2O_3 \cdot 3H_2O$	15,0
MgO	8,0
Talk	16,0
75 % H_3PO_4 (53,0 % P_2O_5)	105,0

30

H ₃ BO ₃	4,0
CaSiO ₃	100,0
H ₂ O	18,0

Ein Phosphatbindemittel wurde hergestellt durch Be-
5 reitung einer Reaktionslösung, die Phosphorsäure,
Aluminiumoxid und Wasser enthielt. Nach Erhalt einer
klaren Lösung, und während diese noch warm war, wurde
Borsäure zugesetzt, wonach das Gemisch gerührt wurde,
bis es wieder klar war. Die Reaktionslösung wurde auf
10 4°C abgekühlt, wonach ein Gemisch der trockenen Kompo-
nenten zugesetzt wurde.

Auf jede von 5 Doppelschichten aus Maschengewebe vom
Typ Reichhold Modiglass 2,5X-SM mit einer Abmessung von
7,6 cm x 30,5 cm wurden rasch 0,075 mm dicke Schichten
15 der angeführten Rezeptur aufgezogen. Die fünf Schichten
wurden dann unverzüglich übereinander geschichtet und
während 25 Sekunden unter einem Druck von 3,9 MPa in
einer auf 121°C erwärmten Presse miteinander verpreßt.
Die erhaltene Bahn war fest und wasserbeständig, außer-
20 dem auch noch biegsam.

Der Bruchmodul des Schichtkörpers, im wesentlichen ge-
messen nach ASTM D-1037 betrug 14,8 MPa. Der Elastizi-
tätsmodul wurde mit 9,6 MPa errechnet. Die Feuerbewer-
tungsskala umfaßte die Werte 0 für Schwelen und 2 für
25 Entflammen, im wesentlichen gemessen nach ASTM E-662-79.

Beispiel 2

Das im Beispiel 1 beschriebene Verfahren wurde wieder-
holt, nur daß die Presse auf einer Fläche mit einer

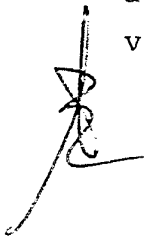


Prägeplatte ausgestattet war. Die erhaltene Probe gab die sehr feinen Details der Prägeplatte wieder.

Beispiel 3

Auf jede von 10 getrennten Packpapierbahnen mit den Abmessungen 30,5 cm x 30,5 cm x 0,03 mm wurde eine 0,025 mm dicke Schicht Phosphatbindemittel der in Beispiel 1 angeführten Rezeptur aufgezogen. Unmittelbar danach wurden die 10 Bahnen aufeinandergeschichtet und 1 Minute lang unter einem Druck von 3,9 MPa in einer auf 93°C erwärmten Presse miteinander verpreßt. Die erhaltene Probe war fest und biegsam, wenn auch nicht so biegsam wie der glasverstärkte Körper in Beispiel 1. Der Bruchmodul, gemessen wie in Beispiel 1, betrug 31,6 MPa.

Der Verbundkörper wurde in Stücke mit den Abmessungen 10,2 cm x 10,2 cm geschnitten, wonach zwei Stücke willkürlich für Testzwecke ausgewählt wurden. Jedes Stück wurde waagrecht auf einem Ringständer angeordnet, wonach an der Stelle der Unterseite, an der die Spitze der blauen Propanflamme vorgesehen war, ein erstes Thermoelement angebracht wurde. Ein zweites Thermoelement wurde auf der Oberseite des Schichtkörpers unmittelbar über dem ersten Thermoelement angeordnet. Bei der Einwirkung der Flamme wurden dann an beiden Thermoelementen die Temperaturen in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Die Dicke von Probe 3A stieg bei Erwärmung während 7 Minuten von 2,2 mm auf 5,1 mm. Nach diesem Zeitraum maß das Thermoelement auf der Flammenseite eine Temperatur von 1034°C, während die Temperatur auf der Oberseite 328°C betrug. Die Probe 3B wurde 6 Minuten lang erwärmt und zeigte einen Anstieg der Dicke von 2,2 mm auf 4,2 mm. Auf der Flammenseite wurde eine Temperatur von 1066°C gemessen und auf der Oberseite eine Tempera-



tur von 378°C.

Beispiel 4

Wie in Beispiel 1 angegeben, wurde ein Phosphatbindemittel hergestellt, nur daß es 50 Gew.-% gefärbtes Kieselerdegranulat Nr. 17 der Firma Ottawa Silica Company enthielt. Die Bereitung des Phosphatbindemittels erfolgte durch Mischen des Granulats mit den Trockenkomponenten. Das gefüllte Bindemittel wurde dann in einer 0,075 mm dicken Schicht auf eine Bahn von Glaspapier der Firma Johns-Manville aufgezogen. Gleichzeitig wurden auch 0,08 mm dicke Schichten auf drei getrennte Dreifachbahnen von Modiglass-Maschengewebe, wie im Beispiel 1 beschrieben, aufgezogen. Die drei Modiglass-Schichten wurden aufeinandergeschichtet, wonach über dieses Paket noch die Außenschicht aus granulatgefülltem Bindemittel geschichtet wurde. Das so gebildete Paket wurde dann unter einem Druck von 3,9 MPa bei einer Temperatur von 104°C während 2 Minuten verpreßt, wodurch man eine biegsame Bahn mit guter Kratzfestigkeit erhielt.

20 Beispiel 5

Das Verfahren nach Beispiel 4 wurde wiederholt, nur daß die Presse auf einer Seite mit einer Prägeplatte ausgestattet war. Das erhaltene Produkt zeigte die feinen Details der Prägeplatte.

25 Beispiel 6

Ein Phosphatbindemittel wurde aus den folgenden Komponenten bereitet:

Komponenten	Gewicht (g)
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	18,0
MgO	8,0
Talk	16,0

30

75 % H_3PO_4 (53,0 % P_2O_5)	108,0
H_3BO_3	4,0
$CaSiO_3$	100,0
5 H_2O	18,0

Die Reaktionslösung wurde durch Mischen von Phosphorsäure, Wasser und Aluminiumoxidtrihydrat und Rühren bis zur Erzielung einer klaren Lösung bereitet. Danach wurde der erhaltenen warmen Lösung Borsäure zugesetzt und gerührt.
10 Nachdem die Reaktionslösung wieder klar geworden war, wurde sie auf ca. 2 bis 4°C abgekühlt.

148 g der kalten Flüssigkeit wurden dann unter starkem Rühren mit 124 g der Trockenkomponenten versetzt, die vorgängig zur Erzielung eines gleichförmigen Materials ge-
15 mischt worden waren. Das erhaltene Gemisch wurde dann bis zur Homogenität gerührt und dann zur Aufrechterhaltung der flüssigen Konsistenz, d.h. zur Verzögerung der Wechselwirkung zwischen den Komponenten in ein Eisbad gegeben. Die Topfzeit für dieses Material konnte je nach
20 dem Vermögen der Kontrolle der exothermen Reaktionstemperatur im Eisbad zwischen ca. 30 Sekunden und ca. 7 Minuten schwanken.

Aus den nachfolgend genannten Komponenten wurde eine synthetische Glimmerplatte hergestellt:

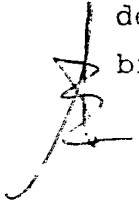
25	Komponenten	Gewicht (g)
	Magnesiumfluorhectorit	100,0
	gebleichte Rotholzzellulose	10,0
	Glasfasern 1/8" DE	5,0
	Flockungsmittel Polymin P	0,075
30	Flockungsmittel Hydraid 777	0,037



Wasser

Die gebleichte Rotholzzellulose wurde mit Hilfe eines Holländers (Hydropulper) in Wasser dispergiert und in einer Stoffmühle vom Typ Jordan Refiner bis zu einem
5 Mahlgrad von 500 (Canadian Freeness) raffiniert. Die raffinierte Pulpe wurde dann in einen großen, oben offenen Tank transferiert und mit den Glasfasern aufgeschlämmt. Nach Beschickung des Tanks mit der erforderlichen Wassermenge zur Erzielung einer Konsistenz von
10 1,3 % Feststoffgehalt wurde der ausgeflockte Niederschlag von Magnesiumfluorhectorit zugesetzt und das Gemisch bis zur Homogenität gerührt. Danach wurden Polymin P und Hydraid 777 zugesetzt. Unmittelbar danach ließ man das Gemisch auf das Formungssieb einer Four-
15 drinier-Maschine fließen. Nach Entfernung des Hauptanteils des Wassers wurde die Matte in einer Reihe von Vakuumpressen der Vakuumbehandlung unterzogen. Durch den Transport der synthetischen Glimmermatte über eine erwärmte Trommel wurde der Restwassergehalt entfernt.

20 Eine dünne Schicht des erwähnten Phosphatbindemittels (I) wurde in einer annähernden Dicke von 0,25 mm auf die Oberfläche einer synthetischen Glimmerplatte (S) aufgebracht. Unmittelbar danach wurde ein Stück Micro-
lith-Glasplatte (G) vom Typ SH20/1 der Firma Glaswerk
25 Schuller GmbH auf das Bindemittel gelegt und damit durchtränkt, wonach auf die Glasschicht eine zweite Bahn aus synthetischem Glimmer gelegt wurde. Das gesamte Paket wurde dann in eine Presse zwischen Glasoberflächen gelegt und unter einem Druck von 1,8 MPa 5 Minuten lang
30 bei 77°C verpreßt. Nach dem Pressen wurde der verpreßte Verbundkörper bei 77°C einige Minuten lang zur Entfernung des Wassers konditioniert, wodurch man ein festes und biegsames Produkt erhielt.



Es ist festzustellen, daß aufgrund der Porosität der Glasplatte das Bindemittel nicht auf beiden Seiten aufgebracht werden mußte. Das Bindemittel war in der Lage, unter Druck durch die Glasschicht hindurchzutreten, d.h. sie zu durchtränken, so daß die beiden angrenzenden Schichten des synthetischen Glimmers mit dem Glas über eine einzige Bindemittelschicht verbunden werden konnten. In diesem Beispiel und in den folgenden Beispielen ist die Durchtränkung mit (GI) oder (IG) angegeben. Bei diesem Beispiel handelte es sich somit um die Schichtstruktur S(IG)S.

Beispiel 7

Das Verfahren nach Beispiel 6 wurde wiederholt, nur bildeten die Glasplatten die Außenschichten, und der Verbundkörper hatte die Struktur (GI)S(IG). Die Glasplatten wurden über das Phosphatbindemittel mit der einzigen Innenschicht aus der synthetischen Glimmerbahn verbunden, indem man den Verbundkörper in eine Presse legte, die mit muldenförmig gemusterten Prägeplatten ausgestattet war. Diese verliehen der Oberfläche des Schichtkörpers eine feine Textur in einer gewünschten Zeichnung.

Beispiel 8

Das Verfahren nach Beispiel 7 wurde wiederholt, nur daß man den Schichtkörper zwischen ein geschäumtes Silikonkautschukpolster und eine Zeichnung aufweisende Metallpatrize oder -matrize legte. Dies ergab Formprodukte mit tief eingepprägten Bildern.

Beispiel 9

Eine Serie von Formkörpern wurde im wesentlichen wie in Beispiel 6 beschrieben hergestellt, wobei jede Probe synthetischen Glimmer, Phosphatbindemittel und gegeb-

nenfalls eine Glasplatte enthielt. Wie in Beispiel 6 angegeben, durchtränkte das Phosphatbindemittel die Glasplatte derart, daß dieses, wenn es im Inneren eines Schichtkörpers enthalten war, zur Verbindung der
5 angrenzenden Schichten aus synthetischem Glimmer diente, selbst wenn es nur auf eine Oberfläche der Glasplatte oder nur auf eine einzige Oberfläche der angrenzenden Bahnen aus synthetischem Glimmer aufgebracht worden war.

Die Bruchmodulwerte wurden nach ASTM D-1037 ermittelt,
10 wohingegen der Elastizitätsmodul mit den üblichen mathematischen Mitteln aus dem Bruchmodul errechnet wurde. Der Aufbau jedes Schichtkörpers ist von der Oberseite zur Unterseite hin angegeben. Wenn nicht anders angegeben, wurde das Bindemittel in 0,20 mm dicken Schichten
15 aufgezogen, und es wurde die Glasplatte SH 20/1 verwendet.

Probe	Struktur	Bruchmodul (MPa)	Elastizitätsmodul (MPa)	
20	9A	SISISIS	10,2	2,5
	9B	S(IG)S(IG)S(IG)S	11,0	2,7
	9C*	S(IG)S(IG)S(IG)S	11,8	3,3
	9D	(GI)S(IG)S(IG)S(IG)S(IG)	24,2	8,9

* = I wurde in einer 0,3 mm dicken Schicht aufgezogen.

25 Die Ergebnisse für diese Proben zeigen einen erheblichen Anstieg der Festigkeit, wenn der Schichtkörper mit der Glasplatte abgedeckt wird.



Probe	Struktur	Bruch- modul (MPa)	Elastizi- tätsmodul (MPa)
5	9E (GI)SISISIS(IG)	22,6	9,1
	9F** (GI)SISISIS(IG)	27,4	8,8
	9G (GI)SISISIS(IG)	22,8	9,5
	9H (GI)SIS(IG)	24,6	9,0

**= anstelle der Glasplatte SH 20/1 wurde die Glasplatte SH 50/1 verwendet.

10 Bei Vergleich mit den für Probe 9D erhaltenen Werten zeigen diese Ergebnisse, daß die Abdeckung mit den Maschengewebebahnen erheblich mehr zur Festigkeit des Schichtkörpers beiträgt als die inneren Glasplatten.

	9I	SISIS	12,0	5,0
15	9J	S(IG)S(IG)S	16,3	6,0
	9K	IS(IG)S(IG)SI	16,5	7,3

Diese Daten dienen zu Vergleichszwecken.

Beispiel 10

20 Dieses Beispiel illustriert die Ergebnisse, die erzielt werden, wenn verschiedene Proben mit einem Propanbrenner, wie in Beispiel 3 beschrieben erwärmt werden. Die dabei erzielten Ergebnisse sind nachfolgend für Schichtkörper mit verschiedenen Komponenten und verschiedener Gefügeanordnung angegeben.


25 Die Erwärmung bewirkte merkliche Veränderungen in den Schichtkörpern, und diese Veränderungen waren umso stärker, je größer die Zahl der Schichten war. Wurde z.B. eine einzige Bahn aus synthetischem Glimmer erwärmt, so kam es nur zu einer geringen Ausdehnung dieser Bahn. Wurden

jedoch zwei oder mehr Bahnen aus synthetischem Glimmer und Phosphatbindemittelschichten verwendet (mit oder ohne Glasverstärkung), war die Blasenbildung stärker ausgeprägt. Die Wirkung dickerer Proben lag, wie unten
5 zu ersehen ist, in den guten isolierenden Eigenschaften. Die Tabelle zeigt die Zunahme der Dicke, die bei jeder Probe durch die Erwärmung verursacht wurde.

Die Proben waren aus Schichten aus der Glasplatte SH 20/1 und/oder synthetischem Glimmer verbunden, die miteinander durch Phosphatbindemittel, im wesentlichen wie im
10 Beispiel 9 beschrieben, verbunden waren. Die erhaltenen Schichtkörper waren nicht geprägt. Sie wurden als Proben 10A bis 10H bezeichnet. In der Spalte "Struktur" ist die Schichtenfolge von oben nach unten angegeben.

15	Probe	Struktur	<u>Änderung der Dicke (mm)</u>		
			Anfangs- dicke	Enddicke	Zunahme
	10A	S	0,7	0,9	0,2
	10B	ISI	0,9	3,2	2,3
20	10C	(GI)S(IG)	0,9	3,3	2,4
	10D	ISISI	1,4	3,8	2,4
	10E	(GI)S(GI)S(IG)	1,6	4,4	2,8
	10F	ISISISI	1,8	4,9	3,1
	10G	(GI)S(GI)SIS(IG)	2,1	5,3	3,2
25	10H	(GI)S(GI)S(GI)S	2,1	6,3	4,2

Die Temperaturunterschiede wurden, wie folgt, bei den angegebenen Temperaturintervallen gemessen. Die Messungen erfolgten durch Subtraktion der Temperatur am Thermo-
30 element der Oberseite (T_s) von der des Thermoelements der Flammenseite (F_s), was den Temperaturunterschied (D) ergibt.



Probe	Temperatur meßstelle	Temperatur (in °C) wie angegeben					
		Zeitintervall (s)					
		15	30	60	120	180	
5	10A	Fs	1184	1193	1202	-	-
		Ts	547	588	597	-	-
		D	611	588	588	-	-
	10B	Fs	1201	1217	1227	-	-
		Ts	457	555	551	-	-
		D	727	643	657	-	-
10	10C	Fs	1246	1277	1268	1254	1262
		Ts	234	573	573	579	576
		D	993	679	677	658	669
	10D	Fs	1016	1091	1102	1115	1126
		Ts	83	174	423	463	465
		D	916	900	661	633	643
15	10E	Fs	1036	1117	1117	1133	1137
		Ts	71	118	289	390	402
		D	948	985	810	725	718
	10F	Fs	1127	1152	1183	1200	1190
		Ts	82	93	185	379	385
		D	1027	1042	981	803	787
20	10G	Fs	1194	1216	1213	1234	1239
		Ts	77	83	138	348	364
		D	1100	1114	1057	868	857
25	10H	Fs	1121	1108	1134	1176	1185
		Ts	70	80	104	306	328
		D	1033	1011	1011	851	818

Diese Ergebnisse zeigen, daß die Erwärmung die Quellung der Schichtkörper verursacht.

Beispiel 11

Das Verfahren gemäß Beispiel 6 wurde unter Verwendung von synthetischem Glimmer, Glasmaschengewebe Schuller 20/1, Glasmaschengewebe Burlington Nr. 1653 Lenoweave 5 (16x8) (abgekürzt "B") und/oder eines Windschutzscheibenrasters aus galvanisiertem Eisendraht (W) mit 2,2 bzw. 2,6 Litzen pro cm² wiederholt. Es wurden folgende Proben hergestellt:

	<u>Probe</u>	<u>Struktur</u>
10	11A	SIS
	11B	ISI
	11C	S(IG)S
	11D	(GI)S(IG)
	11E	S(IB)S
15	11F	S(IW)S

Die Produkte wurden auf Zugfestigkeit und auf Biiegsamkeit geprüft. Die Zugfestigkeit wurde im wesentlichen nach ASTM F-152 unter Verwendung von Probengrößen Typ 1 mit Hilfe eines Zugfestigkeitsprüfgeräts vom Typ Instron 20 bei einer Kreuzkopfgeschwindigkeit von 2,54 cm/min und einer Geschwindigkeit des Registrierstreifens von 2,54 cm/min ermittelt; die Proben waren jedoch nicht vorkonditioniert. Die Proben wurden in 1,25 cm lange hantelförmige Stücke geschnitten mit Ausnahme von Probe 25 11F, die zu einem 2,54 cm langen hantelförmigen Stück zugeschnitten wurde. Es wurden die nachfolgenden Ergebnisse erzielt:

	<u>Probe</u>	<u>Ergebnisse</u>		
		<u>Last (in N)</u>	<u>Bruch</u>	<u>Druck (in MPa)</u>
30	11A	112	(6,8)	7,2 (0,75)
	11B	53	(10,9)	5,5 (1,98)
	11C	136	(16,8)	9,0 (1,69)

11D	111	(8,2)	8,5	(1,26)
11E	205	(9,1)	13,2	(1,26)
11F	663	(49,9)	41,0	(1,20)

Die ermittelten Werte stellen einen Durchschnitt aus
5 drei Messungen dar, wobei die in Klammern angegebenen
Werte die Differenz zwischen den bei jedem Versuch
festgestellten höchsten und niedrigsten Werten dar-
stellt.

Die Biugsamkeit wurde im wesentlichen nach dem üblicher-
10 weise als "Dornbiegeversuch" bezeichneten Versuch nach
ASTM F-147 ermittelt. Die Proben 11A bis 11D versagten
beim Versuch unter Verwendung eines 2,54 cm-Dorns, die
Probe 11F bestand den Versuch bei Verwendung eines 2,54
15 cm-Dorns, und die Probe 11E bestand den Versuch bei Ver-
wendung eines 2,22 cm-Dorns. Keine der Proben war vor-
konditioniert.

Beispiel 12

Dieses Beispiel illustriert die Ergebnisse bezüglich des
Wärmeableitungsvermögens bei Aufnahme eines Metallgit-
20 ters in einen Schichtkörper. Der Schichtkörper C mit
der Struktur (GI)S(WI)S wurde auf übliche Weise herge-
stellt, nur daß in diesen Thermoelemente eingebaut wur-
den, wobei diese auf die obere Fläche der oberen Bahn
aus synthetischem Glimmer gelegt wurden. Die Thermoele-
25 mente wurden dann durch Aufbringen der oberen Schicht
(GI) eingehärtet. Die Thermoelemente wurden in genau de-
finierten Abständen vom Punkt der Flammeneinwirkung ent-
weder in Richtung des Drahtnetzes (WD) oder diagonal dazu
angeordnet:



Thermoelement	Anbringung	Abstand (cm)
TC 1	Flammeneinwirkungspunkt	-
TC 2	diagonal	5,08
TC 3	diagonal	10,16
5 TC 4	diagonal	12,70
TC 5	diagonal	15,24
TC 6	WD	10,16

Der Schichtkörper C wurde unter Verwendung eines Drahtnetzes aus galvanisiertem Eisendraht, wie in Beispiel 11 beschrieben, hergestellt, während der Schichtkörper B ein vergleichbares Kupferdrahtnetz enthielt. Der Schichtkörper A, der kein Drahtnetz enthielt, wurde für Kontrollzwecke hergestellt. Es wurden die nachfolgend angeführten Temperaturen gemessen.

15		Temperaturen					
Zeit (min)	TC 1			TC 2			
	A	B	C	A	B	C	
0	26,7	26,7	25,6	27,2	26,7	25,6	
3	1088	1033	1043	74	88	99	
20 10	1049	1018	1049	71	104	124	
15	1016	1025	1021	93	114	127	
		TC 3			TC 4		
		A	B	C	A	B	C
0		27,2	26,7	26,1	27,2	27,2	26,1
25 3		37,2	38	35,6	34,4	35,0	31,7
10		37,8	42	42	35,0	37,2	35,6
15		39,0	43	43	35,6	37,8	36,7
		TC 5			TC 6		
		A	B	C	A	B	C
30 0		27,2	27,2	26,1	27,2	26,7	25,6

3	32,2	33,3	30,0	46	69	62
10	32,8	34,4	32,8	46	72	76
15	33,3	35	33,9	49	78	77

5 Diese Ergebnisse zeigen, daß ein in den Schichtkörper
eingebautes Netz die Wärme vom Einwirkungsort aus zer-
streut und daß ein Kupferdrahtnetz die Wärme wirksamer
zerstreut als ein Drahtnetz aus galvanisiertem Eisen-
draht. Außerdem ist bei Vergleich der Ergebnisse von
TC 5 und TC 6 festzustellen, daß die Wärme in Draht-
10 netzrichtung wirksamer abgeleitet wird als diagonal
dazu.

Beispiel 13

Dieses Beispiel illustriert die Herstellung einer Probe,
die nicht unter Wärme- und Druckeinwirkung gehärtet wor-
15 den war. Eine 0,15 mm dicke Schicht des im Beispiel 12
beschriebenen Bindemittelgemisches (ca. 125 g) wurde auf
ein Stück 2,5X-SM-Modiglass-Maschengewebe mit den Abmes-
sungen 30,48 x 30,48 cm aufgebracht, wonach ein zweites
Stück Maschengewebe auf die Beschichtung gelegt wurde. Der
20 so erhaltene Schichtkörper wurde kurz verpreßt, um das
Bindemittelgemisch in die entsprechenden Gewebeschich-
ten zu drücken, wonach der Schichtkörper unter Umgebungs-
bedingungen gehärtet wurde. Die Härtung wurde innerhalb
von ca. 5 Minuten durchgeführt.

25 Beispiel 14

Dieses Beispiel illustriert die Beschichtung einer Ma-
schengewebeschicht mit einer geschäumten Bindemittel-
mischung. Das Bindemittelgemisch wurde hergestellt, wie
in Beispiel 1 beschrieben, und während ca. 25 Sekunden
gemischt. Der Mischung (268 g) wurden 10,1 g (3,8 %)
30 Tensid Millifoam der Firma Onyx Chemical Co. zugesetzt.

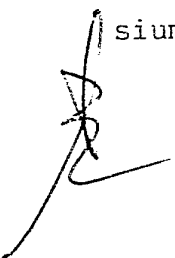
Der Schaum wurde durch mechanisches Mischen mit Hilfe eines Luftrührwerks während 40 Sekunden hergestellt. Dann wurde auf beide Flächen eines Stückes 7,5X-SM-Modi-glass-Maschengewebe mit den Abmessungen 30,48 x 30,48 cm
5 eine 0,075 mm dicke Schicht (ca. 82 g) aufgebracht. Das beschichtete Maschengewebe wurde 25 Sekunden lang bei 82°C zur Erzielung einer gehärteten Bahn verpreßt.

A handwritten signature or mark consisting of several loops and a long horizontal stroke extending to the right.

Patentansprüche

1. Verbundschichtkörper, insbesondere feuerbeständiger Verbundschichtkörper, g e k e n n z e i c h n e t durch zumindest eine Schicht zumindest eines Typs von Schichtmaterial, wobei zumindest eine Seite der Schicht
5 des Schichtkörpers mit einem wasserbeständigen Phosphatbindemittel versehen ist, das auf an sich bekannte Weise durch Umsetzung eines Gemischs erhalten wird, enthaltend ein Metalloxid, Calciumsilicat und Phosphorsäure, als
10 gehärtete Deckschichten oder zur Bindung weiterer Schichten von Schichtmaterial.

2. Verbundschichtkörper nach Anspruch 1, dadurch g e - k e n n z e i c h n e t , daß das Metalloxid ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Calciumoxid und Zinkoxid sowie Hydraten davon.



3. Verbundschichtkörper nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch Aluminiumoxidtrihydrat enthält.

4. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch eine im wesentlichen gleichförmige Schicht ist.

5. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch eine im wesentlichen diskontinuierliche Schicht ist.

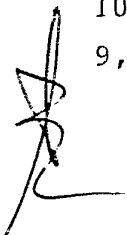
6. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß er ein synthetisches Glimmerschichtmaterial enthält.

7. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß er ein gewebtes, nichtgewebtes oder ein geschnittenes synthetisches Glasschichtmaterial enthält.

8. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß er ein gewebtes, nichtgewebtes oder ein geschnittenes synthetisches Schichtmaterial enthält.

9. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Packpapierschichtmaterial enthält.

10. Verbundschichtkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß er ein



Drahtnetzschichtmaterial enthält.

11. Verfahren zur Herstellung eines Verbundschichtkörpers nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß auf wenigstens eine Seite wenigstens einer Schicht wenigstens einer Art von Schichtmaterial eine Schicht aus einem Phosphatbindemittelgemisch, enthaltend ein Metalloxid, Calciumsilicat und Phosphorsäure aufgebracht wird, wobei dieses Gemisch geeignet ist, ein wasserbeständiges Phosphatbindemittelmaterial als Deckschicht oder zum Binden weiterer Schichten von Schichtmaterial zu bilden, und der Schichtkörper, gegebenenfalls unter Anwendung von Wärme und/oder Druck gehärtet wird.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch in einer Dicke von ca. 0,025 bis ca. 0,5 mm aufgebracht wird.

13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch als mechanisch geschäumter Schaum aufgebracht wird.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch als im wesentlichen kontinuierliche Schicht aufgebracht wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittelgemisch als im wesentlichen diskontinuierliche Schicht aufgebracht wird.

