

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 159015 B

(21) Patentansøgning nr.: 3866/79

(22) Indleveringsdag: 17 sep 1979

(41) Alm. tilgængelig: 22 mar 1980

(44) Fremlagt: 20 aug 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 21 sep 1978 NL 7809621 16 feb 1979 US 12886

(71) Ansøger: *REDCO N.V.; Boulevard EM. Jacquain 162; 1210 Brussel, BE

(72) Opfinder: Pieter *Krijgsman; NL

(51) Int.Cl.⁵

C 04 B 28/20

B 01 J 3/04

//(C 04 B 28/20,

C 04 B 14:38,

C 04 B 16:02)

(74) Fuldmægtig: Larsen & Birkeholm A/S Skandinavisk Patentbureau

(54) Fremgangsmåde og anlæg til chargevis fremstilling af calciumsilikat-isolering

(56) Fremdragne publikationer

DK pat. nr. 132058

GB off. g. skrift nr. 2000753

US pat. nr. 3525596, 3033648, 3816149, 3679446

(57) Sammen drag:

3866-79

Et CaSiO_3 -produkt fremstilles ved reaktion mellem Ca(OH)_2 og SiO_2 , fortrinsvis i støkiometrisk forhold, og vand i en autoklav ved ca. 200°C og 15 bar i 75 minutter. Reaktionsproduktet føres fra autoklaven til en lagertank ved langsom strømning, gerne laminar strømning, og afkøles under denne strømning.

Et isolationsmateriale udgøres af formede legemer af reaktionsproduktet og et fibermateriale.

Det herved fremstillede calciumsilicatisolationsmateriale har en porøsitet på over 84% og en gaspermeabilitet på ca. 0,01% eller derunder. Reaktionsproduktet har ved høj temperatur en væsentlig lavere varmeledningsevne end kendte calciumsilicatisolationsmaterialer.

Et anlæg til fremstilling af calciumsilikatet omfatter foruden en autoklav, en lagertank, et transportrør mellem disse og en varmeveksler til brug ved afkøling af materialet i transportrøret til lige midler til styring af trykket i lagertanken således, at trykforskellen mellem autoklaven og lagertanken konstant holdes på en fastlagt værdi, som medfører en laminar eller kun svagt turbulent strømning af opslæmningen i transportrøret.

DK 159015 B

- 5 Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde og et anlæg til chargevis fremstilling af calciumsilikat-isolering.

Formet calciumsilikat-isolering er almindeligt anvendt, især til temperaturer over 427°C. Flere forskellige fremgangsmåder
10 til fremstilling af calciumsilikat-isolering, er kendte. Fremgangsmåder til fremstilling af calciumsilikat-isolering er for eksempel beskrevet i US patentskrifterne nr. 3.988.419, nr. 2.699.097, nr. 2.904.444 og nr. 3.001.882.

- 15 Ifølge det sidstnævnte patentskrift er calciumsilikat-isoleringen typisk sammensat af krystaller af syntetisk tobermorit og/eller xonotlit fremstillet ved hærkning af vandige kalksiliciumdioxidopslæmninger, hvori molforholdet mellem kalk og siliciumdioxid er mellem ca. 0,65:1 og 1:1 og forholdet mellem
20 vand og faststof mellem ca. 0,75:1 og ca. 9,0:1. Ved fremstilling af isolering med lav densitet (det vil sige en densitet fra ca. 0,10 til 0,30 g/cm³) er der som forstærkende materiale typisk sat asbestfibre til opslæmningen. Visse af de kendte teknikker til fremstilling af formede materialer af calciumsi-
25 likat er beskrevet i US patentskrift nr. 3.679.446. Det angives heri, at det er vanskeligt at opnå calciumsilikat-isoleringsprodukter med ensartede egenskaber og tilfredsstillende mekanisk styrke med mindre hærkningsreaktionen gennemføres over lang tid. Det angives endvidere, at det typisk fremstillede calciumsilikat ikke i tilfredsstillende grad kan modstå hø-
30 je temperaturer, med det resultat, at et calciumsilikatprodukt, som hovedsagelig er sammensat af tobermoritkrystaller, er tilbøjeligt til at vise et markant tab af mekanisk styrke ved ca. 650°C og at sønderdeles eller nedbrydes ved over
35 700°C, og at et produkt, som hovedsagelig er sammensat af xonotlitkrystaller, er tilbøjeligt til at vise et markant tab af mekanisk styrke ved en højere temperatur end 1.000°C. Der be-

skrives en fremgangsmåde til dannelse af calciumsilikatkrystaller, hvorved i det mindste en given vægtprocent af calciumsilikatkrystallerne har dannet adskillelige små agglomerater med en diameter på 10-150 μm , idet de er tredimensionalt sammenknyttede med hinanden, og idet agglomeraterne er dispergeret i vand i det væsentlige på globulær form. Der beskrives også anvendelse af forstærkende fibre, hovedsagelig dannet af en fibermasse.

10 I US patentskrift nr. 3.736.163 beskrives dannelse af calciumsilikat-isoleringsmaterialer med densiteter i størrelsesordenen 0,2-0,3 g/cm^3 , hvori de forstærkende asbestfibre er erstattet med forstærkende fibre indeholdende ca. 3-15 vægt-% af calciumsilikatmaterialet og bestående af noduleret mineraluld
15 og cellulosefibre, idet mindst ca. 25% af fibrene er noduleret mineraluld.

Fra US patentskrift nr. 3.525.596 kendes der et apparat til fjernelse af materiale fra en autoklav betegnet som et højtryksreaktionskammer uden væsentlig reduktion af trykket.
20 Trykket reguleres under anvendelse af midler til styring af trykket i det kammer, der modtager det fjernede materiale igennem en ledning. Styringsmidlerne regulerer rumfanget af modtagekammeret. Det er udstyret med et frit stempel. I denne
25 patentbeskrivelse er det alene angivet, at dette apparat er til anvendelse ved kontinuerlig fjernelse af materiale fra et højtryksreaktionskammer.

I den ovennævnte patentbeskrivelse forekommer der ingen direkte eller indirekte angivelser af, ved hvilke typer af fremgangsmåder dette kendte apparat kan eller skal anvendes, og der er intet, der på en eller anden måde knytter dette kendte apparat til fremstilling af reaktionsprodukter ved omsætning af reaktionsdeltagere på nærmere angiven måde og under nærmere
35 angivne forhold.

Fra US patentskrift nr. 3.033.648 kendes en kontinuerlig frem-

gangsmåde til fremstilling af calciumsilikat, ved hvilken reaktionsprodukterne kan blive afkølet i en varmeveksler og trykket over reaktionsprodukterne kan blive aflastet i et efter varmeudvekslingen følgende trin igennem en ventil. I denne
5 patentbeskrivelse er ingen direkte eller indirekte angivelser vedrørende den måde, på hvilken denne trykaflastning bliver udført, eller oplysninger vedrørende trykaflastningsmådens indflydelse på de fysiske egenskaber af de ved denne kendte kontinuerlige fremgangsmåde opnåede calciumsilikatkrystaller.

10

Ved fremstilling af calciumsilikatprodukter ifølge den kendte teknik blandes reaktionsbestanddelene (typisk calciumoxid (CaO) eller hydratiseret calciumoxid (Ca(OH)_2)) med et siliciumholdigt materiale, såsom sand, i vand til dannelse af en opslæmning. Denne blanding opvarmes i en autoklav til dannelse
15 af flere forskellige krystallinske former for calciumsilikat alt efter temperaturen, trykket, reaktionstiden og vandkoncentrationen, der anvendes. Fibermaterialer, såsom asbest, som ikke påvirkes uheldigt af reaktionsbetingelserne, kan inkorporeres i blandingen inden omsætningen. Reaktionsproduktet fra
20 denne omsætning er generelt en vandig opslæmning af hydratiserede calciumsilikatkrystaller blandet med de ønskede trådede komponenter. Denne opslæmning udstøbes derefter i forme og tørres, sædvanligvis ved opvarmning, til dannelse af emner med
25 den ønskede form.

Som omtalt i US patentskrift nr. 3.816.149 er denne behandling til dannelse af de krystallinske materialer i opslæmningen tidskrævende, ligesom der kræves stort og kostbart udstyr til
30 behandlingen. Det er i den kendte teknik således tilstræbt at forbedre de fremgangsmådebetingelser, hvorunder krystallisationen finder sted, og at afkorte den tid, der kræves til dannelse af et færdigt hydrat. Ved at anvende mindre tid til behandling af opslæmningen ved krystallisationen og til at vende
35 tilbage til omgivelsesbetingelserne opnås en mere effektiv og økonomisk udnyttelse af udstyret og et forøget udbytte af færdigt produkt.

I den kendte teknik afkøles opslæmningen i autoklaven efter endt krystallisation. Trykket i autoklaven reduceres derefter, mens opslæmningen afkøles til stuetemperatur. Det er i den
5 kendte teknik erkendt, at reduktion af damptrykket i autoklaven er både langsom (på grund af den lange tid til overførsel af varme fra opslæmningen gennem autoklavens vægge til omgivelserne) og ineffektiv (på grund af tab af den således overførte varme). Til fremskyndelse af processen gennemføres en
10 udluftning af damp under højt tryk til den omgivende atmosfære. Da krystallisationen af komponenterne i opslæmningen ved atmosfærisk tryk forløber ved en temperatur et godt stykke over vands kogepunkt, får udslip af damp til atmosfæren den vandige opslæmning til at koge voldsomt. Dette får mange af de
15 nydannede krystaller til at knække og hindrer således den ønskede omhyggelige forudgående krystallisation. Dampudslippet betyder endvidere spild af energi.

Ifølge US patentskriftet nr. 3.816.149 har man forsøgt at løse
20 disse problemer ved hydrotermisk omsætning af en højkoncentreret vandig opslæmning af en calciumoxidkilde og et siliciumholdigt materiale under tilstedeværelse af mættet damp under forhøjet tryk i en trykbeholder til dannelselse af krystallinsk calciumsilikat. Efter dannelselse af det krystallinske calciumsilikathydrat standsedes damptilledningen, og der sættes vand
25 med lav temperatur gradvis til reaktionsblandingen i trykbeholderen, indtil der var sat tilstrækkeligt vand til den krystallinske opslæmning til opnåelse af den ønskede koncentration til efterfølgende formningsprocesser. Det tilførte vand
30 kondenserede dampen i tryktanken, idet det samtidigt reducerede dens tryk og afkølede den krystalholdige opslæmning. Den gradvise afkøling og trykaflastning angives at hindre sprængningen af krystalstrukturen effektivt. Der skete også en væsentlig reduktion af den tid, der krævedes for at have reaktionsblandingsens temperatur fra stuetemperatur til den til
35 gennemførelse af krystallisationsreaktionen nødvendige temperatur ved reduktion af mængden af det tilstedeværende vand,

som skulle opvarmes, i sammenligning med den da kendte teknik.

Den ved den kendte teknik fremstillede calciumsilikat-isolering lader meget tilbage at ønske, ikke alene med hensyn til styrke og med hensyn til dimensionsstabilitet, men også med hensyn til isoleringsevne ved høj temperatur, forudsigelige egenskaber og forarbejdelighed. Ved denne fremgangsmåde til fremstilling af materialet sker der desuden stadigvæk et betydeligt tab af energi ved opvarmning og afkøling af reaktionsopslæmningen i autoklaven. Denne fremgangsmåde forøger også omkostningerne ved fremstilling af isolering ved at optage udstyret i lang tid for hver portion af calciumsilikat, der dannes. Endelig sker der ved overførslen af calciumsilikatreaktionsproduktet fra autoklaven til en lagertank for det næste trin i processen et brud eller en anden ændring af den krystallinske struktur af reaktionsproduktet.

Det er formålet for den foreliggende opfindelse at løse de fra de kendte fremgangsmåder til fremstilling af et reaktionsprodukt som calciumsilikat i en autoklav kendte problemer, og dette formål opnås ved en fremgangsmåde, som ifølge opfindelsen er særegen ved trinene: At man blander reaktionsdele bestående af calciumhydroxid og silisiumdioxid til at give et molforhold mellem calciumoxid og siliciumdioxid på ca. 1:1 og vand i en autoklav, at man opvarmer reaktionsbestanddelene til en valgt temperatur og et valgt tryk i et valgt tidsrum tilstrækkeligt til at betinge dannelsen af et reaktionsprodukt i det væsentlige bestående af xonotlitkrystaller, at man overfører reaktionsprodukterne i autoklaven fra denne gennem en fremløbsledning til en blandetank ved udløbet af den valgte tid, idet trykket i blandetanken holdes en forud fastsat værdi lavere end trykket i autoklaven under overførslen af reaktionsprodukterne fra denne til blandetanken, at man samtidigt fjerner en del af varmen fra reaktionsprodukterne, mens de passerer fremløbsledningen, at man tilsætter et valgt fibermateriale til reaktionsprodukterne og blander fibermaterialet i det væsentlige ensartet med reaktionsprodukterne til dannelse

af en opslætning, at man fjerner en valgt mængde vand fra opslætningen, og at man former opslætningen til en selektivt formet isolering.

- 5 I en udførelsesform for den foreliggende opfindelse overføres indholdet fra autoklaven til den anden beholder gennem en varmeveksler, hvorved en del af varmen i dette indhold overføres til et andet materiale, så nettoenergimængden, der anvendes til dannelse af reaktionsprodukterne, formindskes. Dette andet
- 10 materiale er i en udførelsesform vand, som er en reaktionsbestanddel, der skal anvendes i den næste materialeportion, som skal anbringes i autoklaven.

- Materialets strømningshastighed fra autoklaven gennem frem-
- 15 løbsledningen vælges således, at reaktionsprodukterne ikke ændres som følge af strømningsprocessen. Denne tilstand foreligger, når strømningen er i det mindste delvis laminar, og Reynolds' tal for reaktionsprodukterne gennem fremløbsledningen således fortrinsvis er mindre end den værdi, hvor strøm-
- 20 ningen ændres fra at være laminar til at være turbulent. Der er imidlertid opnået tilfredsstillende resultater, når strømningen er noget turbulent, mens fuldstændig turbulent strømning har vist sig at være skadelig for kvaliteten af det færdige formede produkt.

- 25 Overførslen af varme fra reaktionsprodukterne til det andet materiale under overførslen af reaktionsproduktet fra autoklaven til lagerbeholderen sker med en sådan hastighed, at reaktionsprodukterne stabiliseres i den ønskede form. Når reaktionsprodukterne indeholder calciumsilikat dannet af en stø-
- 30 kiometrisk blanding af calciumoxid (CaO eller Ca(OH)_2) og siliciumdioxid (SiO_2) indeholder reaktionsprodukterne krystaller af xonotlit, tobermorit og andre mindre veldefinerede hydratiserede former af calciumsilikat. Det ved fremgangsmåden opnåede foretrukne reaktionsprodukt er imidlertid xonotlit. Var-
- 35 meoverførslen fra xonotlitten til for eksempel vand stabiliserer xonotlitkrystallerne og hjælper til at hindre brud eller

sprængning af disse krystaller som resultat af forskydningerne og turbulensen i strømningsprocessen.

- I beholderen sættes fibermaterialer, såsom mineraluld og træmasse, til reaktionsprodukterne til forstærkning af det færdige produkt. Typisk tilsættes mineralulden først og derefter træmassen. Både mineralulden og træmassen blandes i det væsentlige ensartet med reaktionsprodukterne.
- 10 Reaktionsprodukterne fra beholderen blandet med fibermaterialet strømmer derefter fra beholderen til en afvandingsindretning, typisk en roterende tromle sat under vakuum. Fra den roterende tromle sendes de afvandede produkter derefter til en form, som yderligere sættes under vakuum, og de presses til
- 15 fjernelse af yderligere fugtighed og til formning af reaktionsproduktet til en ønsket form, såsom en rektangulær plade eller et buet element. De formede produkter tørres derefter, fortrinsvis ved hjælp af infrarød stråling, til fjernelse af yderligere fugtighed. Det færdige produkt har en densitet på
- 20 ca. 200 kg/m^3 til ca. 400 kg/m^3 og har vist sig særligt egnet til anvendelse ved høj temperatur, det vil sige ved temperaturer på over 816°C . Det formede produkt udviser forbedret styrke i sammenligning med produkter ifølge den kendte teknik og kan om ønsket forarbejdes, hvilket forøger produktets anvendelighed. Slutproduktet formes imidlertid fortrinsvis i den ønskede størrelse for at undgå svagheder i strukturen, som kunne forårsages af forarbejdningen, og for at undgå spild. Produktet udviser også forbedret dimensionsstabilitet.
- 30 Opfindelsen angår også et anlæg til brug ved udøvelse af den ovenfor anførte fremgangsmåde, hvilket anlæg er af den art, der omfatter en autoklav for anvendelse ved dannelse af et reaktionsprodukt, en blandetank til at modtage reaktionsprodukter, som er dannet i autoklaven, og en fremløbsledning, som
- 35 forbinder autoklaven med blandetanken, hvilket anlæg ifølge opfindelsen er særegent ved, at anlægget har organer indrettet til på kontrolleret måde at fastholde et lavere tryk i blande-

tanken end i autoklaven under overførslen af reaktionsprodukterne fra autoklaven gennem fremløbsledningen til blandetanken og organer til at fjerne en del af varmen fra reaktionsprodukterne under disses passage gennem fremløbsledningen.

5

Opfindelsen skal forklares nærmere i det følgende under henvisning til tegningen, der skematisk viser en opstilling af de mange apparater, der anvendes til gennemførelse af fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse.

10

Den foreliggende opfindelse beskrives i relation til reaktionen mellem calciumoxid eller calciumhydroxid og siliciumdioxid til dannelse af calciumsilikat. Imidlertid kan visse principper ifølge den foreliggende opfindelse også anvendes i forbindelse med andre fremstillingsfremgangsmåder, der omfatter reaktioner, som kræver apparater af samme art som de i den foreliggende beskrivelse beskrevne, især hvor det er ønskeligt at sikre, at reaktionsprodukterne ikke fraktureres eller ændres som følge af overførslen af produkterne fra autoklaven til en anden beholder. Endvidere kan visse principper ifølge den foreliggende opfindelse også anvendes i andre reaktionsprocesser, hvor det er ønskeligt at reducere den i processen forbrugte nettoenergi.

25 På tegningen vises skematisk det til illustration af fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse anvendte anlæg. Autoklaven 10, der er af i teknikken velkendt type, omfatter en med en luge 10b forsynet tryktank, som er i stand til at modstå absolutte tryk på over 15 til 25 bar. Til dannelse af
30 calciumsilikat anbringes calciumhydroxid (Ca(OH)_2) og syntetisk pulveriseret siliciumdioxid (SiO_2) i autoklaven og blandes med vand til dannelse af en blanding med et tørstofindhold på 7% eller derunder i autoklaven. Intet andet sættes til autoklaven. Der anvendes fortrinsvis calciumhydroxid på pulverform i stedet for calciumoxid (brændt kalk), idet pulveriseret
35 calciumhydroxid er fritflydende og let håndterbart under afvejning og anden behandling. Derimod er calciumoxid farligt og

vanskeligt at håndtere.

Efter anbringelse i autoklaven 10 opvarmes denne til mellem 176°C og 240°C og fortrinsvis til 197,4°C ved et absolut tryk på 15 bar. (I den foreliggende beskrivelse er alle tryk absolute tryk, med mindre andet er angivet eller fremgår tydeligt af sammenhængen.) Ved dette tryk og denne temperatur er dampen i autoklaven mættet. Ifølge opfindelsen tilsættes calciumoxid (eller calciumhydroxid) og siliciumdioxidet fortrinsvis i det støkiometriske forhold, så forholdet er et mol calciumoxid for hvert mol siliciumdioxid. Om ønsket kan calciumoxid/siliciumdioxidforholdet varieres fra 0,65 til 1,0 til 1,2 til 1,0.

Inden tilsætningen af calciumhydroxid og siliciumdioxidet til autoklaven 10, men efter tilsætningen af vandet, startes en omrører 10c, og omrøringen fortsættes under hele reaktionen til grundig blanding af reaktionsprodukterne og til sikring af i det væsentlige ensartede resultater.

20

Resultatet af reaktionen i autoklaven er dannelsen fortrinsvis af xonotlitkrystaller. Ved den valgte temperatur og det valgte tryk (197,4°C og 15 bar) skal reaktionen typisk fortsætte i over 55 minutter og fortrinsvis i 1 time og 15 minutter, men ikke over 1 time og 45 minutter. Fortsættelse af reaktionen i over 55 minutter (hvilket er den omtrentlige tid, der kræves til opnåelse af xonotlitkrystaller under de valgte betingelser) forøger xonotlitkrystallernes størrelse. Da krystallerne imidlertid allerede efter 1 time og 15 minutter er egnede til anvendelse som isolering er fortsættelse af reaktionen i over 1 time og 15 minutter blot spild af energi. Denne 1 time og 15 minutter måles således fra det tidspunkt, hvor reaktanterne er i autoklaven 10, og et manometer 10a viser et absolut tryk på 15 bar som følge af direkte damptilledning til autoklaven 10.

35

Trykket i autoklaven 10 holdes inden for 15 bar $\pm$ 1% ved anvendelse af en konventionel regulator af i handlen tilgængelig

type. Da dampen i autoklaven 10 er mættet, holdes temperaturen på 197,4°C, når der holdes et tryk på 15 bar. Måling af tryk foretrækkes fremfor måling af temperatur, fordi en tryktransducer reagerer hurtigt på trykændringer, mens en temperaturtransducer, såsom et termoelement, dels er langsom og dels kun registrerer temperaturen af materiale i umiddelbar nærhed af transduceren.

Det er kendt, at reaktionshastigheden forøges, når størrelsen af siliciumpartiklerne aftager. Ifølge den foreliggende opfindelse er de specifikke overflader af råmaterialerne, calciumhydroxid og siliciumdioxid fortrinsvis 18-22 m² pr. g, mens partikelstørrelsesfordelingen af både calciumhydroxid og siliciumdioxid er en sådan, at 90% af partiklerne er mindre end 1 µm i diameter. De angivne specifikke overfladearealer er baseret på den velkendte nitrogenabsorptionsfremgangsmåde. Lavere specifik overflade af reaktionsprodukterne forøger reaktionstiden, mens højere specifik overflade reducerer reaktionstiden, men forøger omkostningerne for råmaterialerne (det er mere kostbart at arbejde med geler end at arbejde med faste bestanddele med lille partikelstørrelse). Indholdet af fast materiale i autoklaven er fortrinsvis i området fra 1-7% af vandindholdet i autoklaven (6% er foretrukket). Forøgelse af faststofindholdet af reaktionsprodukterne vil forøge både reaktionstiden og reaktanternes viskositet, hvilket forøger tiden for tømning af autoklaven væsentligt.

Når råmaterialet ifølge den foreliggende opfindelse indeholder 72,4% calciumoxid i calciumhydroxid med en renhedsgrad på 95% og siliciumdioxidet med en renhedsgrad på 94%, kan vægtmængderne af calciumhydroxid og siliciumdioxid beregnes som funktion af den nødvendige vandmængde (betegnet med "X") i autoklaven ved hjælp af de følgende ligninger, hvori n er summen af calciumhydroxidets og siliciumdioxidets vægt udtrykt i procent af den totale vægt X af vandet i autoklaven 10 (det vil sige 0 < n ≤ 7%):

$$1,2 \cdot nX/220 = \text{vægt af Ca(OH)}_2 \text{ i kg} \quad (1)$$

$$nX/220 = \text{vægt af SiO}_2 \text{ i kg} \quad (2)$$

$$X = \text{vægt af vand i kg} \quad (3)$$

5 Til støkiometrisk reaktion skal reaktanternes vægt vælges i overensstemmelse med de ovenstående ligninger. Urenheder i vandet, såsom jern, chlorider, carbondioxid, kalium og natrium skal holdes på et minimum. Disse urenheder skal fortrinsvis ikke overstige 1,6 ppm calcium, 0,06 ppm jern, 0,15 ppm magnesium, 0,37 ppm kalium og ingen påviselige mængder af chlorid, 10 natrium og carbondioxid på ppm-basis.

Efter endt reaktion overføres reaktionsprodukterne fra autoklaven 10 til en lager- og blandetank 12. Reaktionsprodukterne 15 sendes gennem en løfteventil 17 og fremløbsledninger 11c, 11d og 12c under denne overførsel såvel som gennem en varmeveksler 11. Til styring heraf er der foruden løfteventilen 17 også en ventil 11e indskudt i fremføringsledningen 11d. Varmeveksleren 11 indeholder et materiale, typisk vand, som sættes til den 20 næste charge af reaktanter, der anbringes i autoklaven 10.

Indholdet i autoklaven 10 overføres under tryk fra autoklaven 10 til blandetanken 12. Det relative tryk i disse to beholdere styres af et trykstyrekredsløb 13. Ifølge den foreliggende opfindelse holdes trykket i blandetanken 12 under trykket i autoklaven 10 på styret måde (for eksempel på ved en konstant værdi), så reaktionsprodukterne strømmer fra autoklaven 10 til blandetanken 12 med en sådan hastighed, at krystallerne i reaktionsproduktet ikke knækkes eller nedbrydes.

30

I det nævnte trykstyrekredsløb 13 indgår både en trykaflastventil 101, der er indskudt i en ledning mellem blandetanken 12 og trykstyrekredsløbet 1, og en tryktransducer 12a i blandetanken 12.

35

I en udførelsesform, hvor fremløbsledningerne 11c, 11d og 12c fra autoklaven 10 til blandetanken 12 gennem varmeveksleren 11

var ca. 10 m lang og havde en indvendig diameter på ca. 30 mm, var trykforskellen mellem autoklaven 10 og blandetanken 12 ca. 1,5 bar som maksimum og fortrinsvis 0,4 bar. Varmeveksleren 11 fjernede tilstrækkelig varme fra reaktionsprodukterne til, at
5 temperaturen af reaktionsprodukterne i blandetanken 12 var ca. 87°C.

En motor 12e er forbundet med blandetanken 12 til omrøring ved hjælp af en omrører 12f af reaktionsprodukterne i blandetanken
10 12 for at sikre, at reaktionsprodukterne i denne blandetank forbliver homogene, og for at tillade blanding af trådet materiale med disse produkter. Strømningen af reaktionsprodukterne fra autoklaven 10 til blandetanken 12 støttes i en udførelsesform af tyngdekraftens indflydelse, hvilket opnås ved at pla-
15 cere autoklaven 10 over blandetanken 12 i afstanden h. Denne placering er imidlertid ikke væsentlig.

Under overførslen af reaktionsprodukter fra autoklaven 10 til blandetanken 12 falder trykket i autoklaven 10. Omrøreren 10c
20 fortsætter sin rotation (men med lavere hastighed) for at forhindre hvirveldannelse i autoklaven 10 under overførslen. Styrekredsløbet 13 virker på en sådan måde, at det sikres, at trykket i blandetanken 12 ligeledes falder i tilstrækkelig grad til at opretholde den ønskede trykforskel mellem autokla-
25 ven 10 og blandetanken 12. Efter endt overførsel af reaktionsprodukterne fra autoklaven 10 til blandetanken 12 er autoklaven 10 og blandetanken 12 omtrent ved atmosfærisk tryk. Hvis dette ikke er tilfældet, lader man luft slippe ud af blandetanken 12 for at bringe trykket i blandetanken 12 til atmosfæ-
30 risk tryk, og autoklaven 10 er til dette formål forsynet med en ventil 10d.

Fibermateriale, som fortrinsvis omfatter en blanding af mineraluldsfibre af udvalgt længde og i det væsentlige er ensartet
35 dispergeret i vand, tilsættes derefter gennem en luge 12b i blandetanken 12. Omrøreren 12f roterer langsomt til grundig blanding af denne mineraluld med reaktionsprodukterne i blan-

- detanken 12. Efter gennemførelse af denne blanding, hvad der i én udførelsesform varer ca. 5 minutter, sættes tråpulpfibre derefter til reaktionsprodukterne i blandetanken 12 gennem lugen 12b. Disse cellulosefibre dispergeres først i det væsentlige ensartet i vand og sættes derefter til blandetanken 12. 5 Omrøreren 12f blander igen materialerne i blandetanken 12 grundigt for at sikre en i det væsentlige ensartet dispersion af det trådede materiale i reaktionsprodukterne. Efter endt blanding åbnes en ventil 12d, og opslæmningen i blandetanken 10 12 passerer under indflydelse af tyngdekraften gennem et rør 12g til et kar, hvorfra den optages på overfladen af en roterende tromle 14. Tromlen 14 indeholder en roterende vakuumfiltreringsenhed, som indeholder en sitromle, der roterer, mens en kage af det omsatte produkt dannes på dens overflade. Fugtighed fjernes fra opslæmningen ved hjælp af en vakuumsugning 15 i tromlens centrum, og det faste materiale danner en kage på tromlens overflade. Denne kage afskrabes fra tromlen og overføres til en filterpresse 15.
- 20 I filterpressen 15, der er af en i teknikken velkendt type, presses kagen fra tromlen 14 til en ønsket form, såsom en plade eller et buet element. Kagen anbringes på et porøst materiale i en kasse 15b i filterpressen. En trykplade 15a føres derefter ned på kagens top i kassen 15b. Det af pladen 15a 25 frembragte tryk sammen med et vakuumudtag på bunden af kagen tvinger vand ud af filterpressens bund. Dette vand passerer gennem et rør 15c til en første varmtvandslagertank 20. Ved åbning af ventiler 10e og 22 og igangsætning af en pumpe 25 anvendes dette vand til delvis fyldning af autoklaven 10 ved 30 starten af den næste produktionscyklus.

Autoklaven 10 kan efterfyldes med varmt vand fra en anden varmtvandslagertank 21, når ventilen 22 lukkes, og en anden ventil 26 åbnes.

35

Det rene varme vand fra varmeveksleren 11 kan gennem en ledning 11b med en ventil 18 ledes til og opbevares i den anden

varmtvandslagertank 21, hvorfra det senere kan overføres til en koger 16 via en med en ventil 16b forsynet ledning og/eller til autoklaven 10. Med henblik fra overførslen fra den anden varmtvandslagertank 21 til autoklaven 10 er der tilvejebragt

5 en ledning 16e med en ventil 16f fra koger 16 til autoklaven 10. Der anvendes to varmtvandslagertanke 20 og 21, fordi vandet fra filterpressen 15 har en pH-værdi på ca. 11-12 og således ikke skal anvendes i koger 16. Ifølge én udførselsform recirkuleres vandet i varmeveksleren 11 gennem den anden lagertank 21 ved hjælp af en centrifugalpumpe 24 via et rør 23,

10 en ventil 19 og en ledning 11a. Hvis de totale jern-, natrium-, chlor-, kalium- og magnesiumkoncentrationer i vandet i den første lagertank 20 er over de minimale specifikationer for disse urenheder, bortkastes vandet.

15

Den oven for beskrevne fremgangsmåde sparer både energi og vand, hvilket giver fremgangsmåden et væsentligt fortrin over for de kendte fremgangsmåder. Anvendelse af varmt vand fra varmeveksleren 11 i koger 16 (som leverer damp til autoklaven 10) sparer yderligere energi og vand.

20

Eksempel

Fremgangsmåden, der fulgtes til start af reaktionen i autoklaven 10 i et forsøgsanlæg konstrueret til gennemførelse af opfindelsen, var som følger:

25

30 liter vand fra varmeveksleren 11 førtes ind i autoklaven 10. Omrøreren 10c startedes derefter til omrøring af vandet

30 med en bestemt hastighed på 90 omdr./min. 10 liter vand med 1,091 g calciumhydroxid med en renhed på over 95% sættes derefter til autoklaven 10 og omrørtes med omrøreren 10c. Der tilsattes derefter 10 liter vand med 909 g siliciumdioxid (SiO_2) i pulverform med en renhed på over 94% dispergeret der-

35 i. Under fyldningen af autoklaven 10 var ventilen 10d åben til udslip af luft fra autoklaven.

Vandet, der sættes til autoklaven 10, var demineraliseret for at muliggøre den nøjagtigst mulige reproduktion af resultaterne fra hver produktion. Imidlertid er demineralisering af vandet ikke nødvendig i en normal produktion forudsat, at vandets sammensætning er kendt og derved kan reguleres om nødvendigt, og endvidere forudsat, at mængderne af jern, chlor, kalium, natrium og carbondioxid holdes inden for de ovenfor angivne grænser for disse mineralbestanddele. Urenhederne i calciumhydroxidet og siliciumoxidet skal fortrinsvis være af den i den følgende tabel A angivne størrelsesorden.

Tabel A, del 1

Niveau for urenheder i Ca(OH)_2

5	CaO	72,80% min.
	Bundet H_2O	24,73% min.
	Fri fugtighed	0,18% maks.
	Siliciumdioxid og uopløselige bestanddele	0,37% maks.
	Organisk stof	0,02% maks.
10	Ferrioxid, Fe_2O_3	0,06% maks.
	Aluminiumoxid	0,03% maks.
	Magnesiumoxid	0,15% maks.
	Natriumoxid, Na_2O	0,03% maks.
	Kaliumoxid, K_2O	0,01% maks.
15	Chlorid	0,07% maks.
	Sulfat	0,54% maks.
	Carbondioxid, CO_2	0,69% maks.
	Glødetab	25,62% maks.
	Calciumhydroxid, Ca(OH)_2	95,00% min.
20	Densitet	0,663 g/cm ³
	Sigte (masker: Masker pr. løbende tomme)	
	Tilbageholdt på sigte	
	med 100 masker	0,31
	med 200 masker	0,73
25		

Tabel A, del 2

Niveau for urenheder i SiO_2

5	SiO_2	94% min.
	SiC	0,02-0,7% maks.
	Fe_2O_3	0,05-0,15% maks.
	TiO_2	0,01-0,02% maks.
	Al_2O_3	0,1-0,3% maks.
10	MgO	0,2-0,8% maks.
	CaO	0,1-0,5% maks.
	Na_2O	0,3-0,5% maks.
	K_2O	0,2-0,6% maks.
	M	0,003-0,1% maks.
15	Zn	0,005-0,01% maks.
	Ni	0,001-0,002% maks.
	S	0,1-0,3% maks.
	P	0,03-0,06% maks.
	Glødetab ved antændelse (1.000°C)	0,8-1,5% maks.
20	Densitet	2,20-2,25 g/cm^3
	Specifikt overfladeareal	18,0-22,0 m^2/g
	Partikelstørrelse, procentvis	90% er mindre end 1 μm

- 25 Da autoklaven var fyldt, lukkedes ventiler 10d og 10e, og autoklaven 10 opvarmedes til $197,4^\circ\text{C}$ ved et absolut tryk på 15 bar i 1 time og 15 minutter. Skønt varmen tilførtes ved anvendelse af elektriske varmeelementer, er den foretrukne fremgangsmåde at lede damp ind i autoklaven 10. Under opvarmnings-
- 30 processen fortsatte omrøreren 10c med en hastighed på 90 omdr./min. Den optimale omdrejningshastighed for omrøreren 10c afhænger af størrelsen af autoklaven 10. Forsøgsautoklaven havde en diameter på 40 cm, og dens cylinderhøjde var 40 cm. Den udvendige diameter af omrøreren 10c var 30 cm. Ved 90
- 35 omdr./min. gav autoklaven 10 et ikke-viskøst reaktionsprodukt. Et lavere omdrejningstal viste sig at give et mere viskøst reaktionsprodukt på den samme reaktionstid, mens et højere om-

drejningstal viste større tilbøjelighed til beskadigelse af de under reaktionen dannede krystaller. Naturligvis skal den optimale omdrejningshastighed for omrøreren 10c bestemmes eksperimentelt for en autoklav 10 med en anden størrelse end størrelsen af den i forsøgsanlægget anvendte autoklav.

Under reaktionen forøgedes lufttrykket i blandetanken 12 til et tryk lig med eller over trykket i autoklaven 10 ved åbning af en ventil 16d for at tillade komprimeret luft fra en kilde (ikke vist) at komme ind i blandetanken 12. Ventilen 16d lukkedes derefter, og trykstyrekredsløbet 13 tilsluttedes. Omrøreren 12f i blandetanken 12 tilsluttedes ligeledes. Reaktionen fortsatte i 1 time og 15 minutter. På dette tidspunkt var overførslen af reaktionsprodukterne fra autoklaven 10 til blandetanken 12 påbegyndt ved først at åbne ventilen 11e, hvilket lod komprimeret luft strømme fra blandetanken 12 gennem ledningen 12c, ventilen 11e, ledningen 11d og ledningen 11c til løfteventilen 17. Løfteventilen 17 åbnedes derefter til påbegyndelse af overførslen af reaktionsproduktet fra autoklaven 10 til blandetanken 12. Som det er forklaret ovenfor, bringes trykket i blandetanken 12 automatisk til det korrekte niveau under trykket i autoklaven 10 af styrekredsløbet 13. Da trykket i autoklaven 10 begyndte at falde hurtigt, nedsattes hastigheden af omrøreren 10c til ca. 50 omdr./min. for at reducere tilbøjeligheden til hvirveldannelse i autoklaven 10. Hvirveldannelse ville tillade dampen og lufttrykket i autoklaven 10 at undslippe gennem løfteventilen 17 før alt reaktionsprodukt i autoklaven var blevet overført til blandetanken 12.

Efter endt overførsel var trykket i blandetanken 12 atmosfærisk, og trykket i autoklaven 10 blev automatisk atmosfærisk. Løfteventilen 17 lukkedes derefter, og yderligere 5 liter vand sættes til autoklaven 10 og omrørtes med omrøreren 10c i 2 minutter til indvendig rensning af autoklaven. Skyllevandet overførtes derefter til blandetanken 12 ved åbning af løfteventilen 17, hvorved dette vand sammen med eventuelt resterende

reaktionsprodukt kunne strømme ind i blandetanken 12.

5 Varmeveksleren 11 var forinden blevet fyldt med ca. 120 liter vand ved at åbne ventilen 19 og lukke ventilen 18. Efter endt vandpåfyldning lukkedes ventilen 19. Strømningshastigheden for reaktionsprodukterne gennem varmeveksleren valgtes således, at reaktionsprodukterne i blandetanken 12 havde en gennemsnits-temperatur på mellem 85 og 90°C og fortrinsvis på ca. 87°C. Tilsvarende faldt temperaturen af reaktionsprodukterne i gen-10 nemsnit ca. 110°C ved at passerer gennem varmeveksleren 11. Varmeveksleren 11 var konstrueret under anvendelse af velkendt teknik til opnåelse af dette temperaturfald på 110°C for den valgte trykforskel mellem autoklaven 10 og blandetanken 12.

15 Reaktionsproduktet (calciumsilikat) i blandetanken 12 omrørtes derefter langsomt til sikring af ensartet temperatur.

Mineraluld og cellulosefibre sattes derefter til reaktionsprodukterne i blandetanken 12 i nævnte rækkefølge. Disse materia-20 ler sattes ikke til autoklaven 10, da den høje temperatur og det høje tryk i autoklaven 10 kombineret med den høje pH-værdi på ca. 11 af reaktionsprodukterne i autoklaven ville ødelægge cellulosefibrene. Selv om mineraluld ikke ville blive ødelagt, ville tilsætning af mineraluld til autoklaven betyde energi-25 spild. Mineraluldfibrene tilsattes først som en vandig opslæmning med en temperatur på mellem 80 og 90°C, fortrinsvis ca. 87°C.

Mineralulden var forinden blevet blandet i en blender i ca. 1030 minutter for at nedbryde fiberlængden af mineralulden og for at dispergere mineralulden ensartet i vand. Eventuelle små klumper eller noduler i mineralulden sedimenterede på bunden af blenderen og sattes ikke til reaktionsproduktet i blandetanken 12. Fraværet af noduler i mineraluldsfibrene resulterede35 de fordelagtigt i en i det væsentlige ensartet struktur. Mineralulden opnås med fordel fra en trehjulspinder med lavt skudindhold.

- Efter anbringelse af mineraluld i blandetanken 12 omrørtes der i blandetanken 12 ved hjælp af omrøreren 12f i 10 minutter, hvorefter der til reaktionsprodukterne sættes træpulp, som var
- 5 ensartet dispergeret i varmt vand ved en temperatur på mellem 80 og 90°C, fortrinsvis på ca. 87°C, ved blanding i en blanded-maskine i ca. 10 minutter. (Hvis træpulpen tilsættes før mineralulden, fortykker træpulpen reaktionsprodukterne i blandetanken 12 og vanskeliggør ordentlig blanding af mineralulden.
- 10 Når mineralulden tilsættes først, forøger den imidlertid ikke opslæmningens viskositet.) Blandingen omrørtes med omrøreren 12f i blandetanken 12 i ca. 20 minutter ved 60 omdr./min. Vægten af mineralulden udgjorde typisk 2,5% af vægten af calciumhydroxid og siliciumdioxidet i autoklaven, og cellulosefibre-
15 brenes vægt udgjorde også typisk 2,5% af den oprindelige vægt af calciumhydroxid og siliciumdioxidet. Mineralulden og cellulosefibre gav mekanisk styrke til reaktionsprodukterne, når de formedes til plader eller formede produkter.
- 20 Træpulpen afledtes fortrinsvis af ubleget kraftpapir på sulfitbasis, som lyntørredes. (Et sådant papir er kommercielt tilgængeligt). Længden af træfibre er ikke kritisk. Under denne blanding af mineralulden og cellulosefibre i blandetanken 12 var der atmosfærisk tryk i denne.
- 25
- Reaktionsprodukterne i blandetanken 12 fjernedes fra denne ved at åbne ventilen 12d og hælde disse produkter gennem røret 12g ned i det nævnte kar, hvorfra de opsamledes af overfladen af filtreringstromlen 14. Filtreringstromlen 14 omfatter for-
30 trinsvis en almindeligt kendt vakuumtromle indeholdende en metalskærm. Tromlens centrum forbandtes til et vakuum til frembringelse af et tryk på ca. 0,22 bar, og fugtigheden i den på tromlens yderflade dannede kage sugedes ind i tromlens centrum og udtømtes. Kagen afskrabedes af tromlen og førtes derefter
35 til filterpressen 15, hvor yderligere fugtighed fjernedes fra reaktionsprodukterne under vakuum, mens reaktionsprodukterne formedes til den ønskede form. Reaktionsprodukterne (beståen-

de af calciumsilikat og nærmere bestemt xonotlit), der strømmer fra blandetanken 12, havde et typisk faststofindhold på 6%. Kagen på overfladen af tromlen 14 havde et fugtighedsindhold, der styredes af vakuumet, tromlehastigheden og kagetemperaturen. Fugtighedsindholdet i den af tromlen afskrabede kage var ca. 90 vægtprocent ved skraberens. Temperaturen af kagen, der fjernedes fra tromlen var ca. 40°C til ca. 50°C. Ved at forøge (formindske) vakuumet i tromlen og nedsættes (forøge) tromlens hastighed, kan fugtighedsindholdet i kagen formindskes (forøges) som ønsket.

Kagen i filterpressen underkastedes derefter et vakuum på bunden af filterpressen til fjernelse af yderligere fugtighed. Vakuumet på bunden af filterpressen var typisk 559 mm Hg. Oversiden af kagen i filterpressen tørredes, og trykpladen 15a førtes derefter ned på toppen af denne kage. I det øjeblik, hvor trykpladen 15a berørte toppen af kagen, tilførtes der ikke yderligere tryk i ca. 15 sekunder. Dette tillod vakuumet at bortlede vandet fra kagen, mens toppen af kagen forsegleddes delvis med trykpladen. Trykpladen udsattes derefter for et hydraulisk tryk i nogle få sekunder, hvilket bragte trykket på kagen fra 0 til 2 bar i løbet af ca. 15 sekunder. Trykket på 2 bar opretholdtes derefter i 30 sekunder. Trykket forøgedes derefter trinvis til ca. 5 bar i løbet af 1 minut. Kagen i filterpressen underkastedes en yderligere trinvis forøgelse af trykket til 14 bar i løbet af 3 minutter, hvorefter trykket reduceredes til 0, idet trykpladen forblev på den resulterende plade. Kassen, der omgav pladen, bevægedes derefter op, i samme øjeblik trykket nåede 0, og trykpladen frigjortes derefter fra den pressede plade. Pladen fjernedes derefter fra filterpressen, og den ovenstående trinfølge påbegyndtes igen.

I en foretrukket, alternativ udførelsesform føres opslæmningen direkte fra blandetanken 12 til en filterpresse 15 forsynet med udsugning både i top og bund, idet sugningen i toppen er lidt kraftigere end sugningen i bunden (det vil sige, at tyngdekraften tages i betragtning) til sikring af en ensartet par-

tikelstørrelsesfordeling i de nydannede xonotlitagglomerater i slutproduktet. Dette forhindrer uønsket krumning af slutproduktet som følge af, at større xonotlitpartikler sedimenterer på bunden af filterpressen i opslæmningen inden fjernelse af vandet og presning af opslæmningen. Varigheden af denne totale cyklus reduceres væsentligt ved at udelade den roterende tromle og føre opslæmningen direkte fra blandetanken 12 til filterpressen 15. Filterpressen styres elektronisk ved anvendelse af velkendte programmeringsteknikker til presning af opslæmningen til en plade ved trinvis forøgelse af trykket efter en forprogrammeret arbejdsgang. Indledningsvis pålægges et tryk på ca. 2 bar i ca. 30 sekunder (varigheden kan om ønsket varieres), og der pålægges derefter et tryk på 5 bar i 1,5 minut. Dette følger af et tryk på 14 bar i yderligere 2 minutter.

Ifølge denne udførelsesform af opfindelsen fjernes det af filterpressen dannede produkt fra filterpressen 15 ved at lægge et tryk på trykpladen 15a i filterpressen, så der dannes et svagt positivt tryk på oversiden af det i filterpressen dannede produkt lige under trykpladen. Som følge af dette positive tryk fjernedes produktet forsigtigt fra kontakt med trykpladens tilstødende overflade. Den ledning, hvorigennem trykket tilføres, er ikke vist på tegningen, men er den samme ledning, som anvendes til at sætte produktets overflade under vakuum til fjernelse af vand.

Der kan være tilvejebragt en eller flere tromler med tilhørende filterpresser m.m., hvilket på tegningen er symboliseret ved stiplede linier og henvisningsbetegnelsen 14a.

Til sikring af et produkt med ensartet kvalitet fra autoklaven 10 er ventilen 17 en løfteventil (af velkendt konstruktion), som er anbragt på bunden af autoklaven 10, så overfladen af løfteventilen flugter med bundens indvendige overflade i autoklaven 10. Dette sikrer, at alle reaktionsdeltagerne i autoklaven 10 blandes ensartet og deltager i det væsentlige ens i reaktionen. Til fjernelse af reaktionsproduktet fra autoklaven

10 drives løfteventilen opad ind i autoklaven 10, hvilket lader reaktionsproduktet i autoklaven 10 strømme ud af autoklaven 10 gennem løfteventilen 17. Løfteventilen 17 lader med fordel reaktionsproduktet strømme regelmæssigt og fuldstændigt
5 fra autoklaven 10.

For at sikre ensartet kvalitet af reaktionsproduktet opbevares råmaterialet (calciumhydroxid og siliciumdioxid) i lufttæt forseglede tromler for at forhindre, at det optager urenheder
10 fra luften. Det er især skadeligt for calciumhydroxidet at optage carbondioxid, fordi carbondioxid forstyrrer krystalstrukturen af slutproduktet, calciumsilikat.

Det er velkendt, at xonotlit omdannes til wollastonit ved
15 865°C. Denne omdannelse resulterer i, at reaktionsproduktet omdannes fra $\text{Ca}_6\text{Si}_6\text{O}_{17}(\text{OH})_2$ til CaSiO_3 og H_2O (vand). Vandet afgives fra strukturen. Fjernelse af det bundne vand i xonotlitkrystallerne under omdannelsesprocessen har meget lille indflydelse på porøsiteten, men resulterer i dimensionsstabilitet, når produktet senere opvarmes til en temperatur på over
20 865°C. Opvarmningen af den ifølge den foreliggende opfindelse dannede isolering til 865°C oxiderer cellulosefibrene i isoleringen. (Disse fibre oxideres faktisk ved mellem 300°C og 400°C.) Resultatet er en forøgelse af porøsiteten af calciumsilikatisoleringsproduktet fra 84% til 89%, idet isoleringens
25 permeabilitet for gas forbliver ca. 0,01%. Denne lave permeabilitet og høje porøsitet giver dette dets enestående egenskaber som et yderst effektivt højtemperaturisoleringsmateriale. Når vægtfylden af et isoleringsmateriale forøges, forøges dets
30 varmeledning normalt også. Forsøg med materiale fremstillet ifølge den omhandlede fremgangsmåde har imidlertid vist, at når dets vægtfylde forøges, forøges dets varmeledningsevne langt mindre end det ellers ville forventes baseret på erfaringer med de hidtil kendte materialer. Vægtfylden afhænger af op-
35 slæmningens mængde og pressetrykket.

På i og for sig kendt måde er autoklaven 10 og blandetanken 12

fremstillet af rustfrit stål til reduktion af den til vedligeholdelse og rensning af dette udstyr nødvendige tid.

- 5 Sammenligningsdata for "Newtherm 950", et kendt calciumsilikat-isoleringsmateriale fremstillet af Turner og Newalls, GB, og for det ved den omhandlede fremgangsmåde fremstillede produkt (kaldet Wictherm 1000) er angivet nedenfor.

Bøjningsstyrke i bar *

		20°C	400°C	600°C	800°C	900°C	1000°C
	Newtherm						
	950	5,5	6,1	6,8	7,2	-	7,4
5	Wictherm						
	1000	20,1	22,5	29,4	22,5	-	16,7

Trykstyrke i bar **

	Newtherm						
10	950	1,5	***	***	***	-	***
	Wictherm						
	1000	9,7	10,9	2,9	2,6	-	2,0

Svind i %

15	Newtherm						
	950 **	-	0,44	1,15	-	-	8,25
	Wictherm						
	1000 *	-	0,87	1,07	1,77	1,82	3,05

20 Kørnerstyrke i bar **

	Newtherm						
	950	34,3	-	-	-	-	-
	Wictherm						
	1000	210	-	-	-	-	-

25

* Målingerne opnåedes med prøver ved de angivne temperaturer.

30 ** Målingerne opnåedes med prøver, som var opvarmet til de angivne temperaturer og derefter afkølet til stuetemperatur.

*** Ikke målelig, værdier mindre end 0,7 bar.

For Wictherm 1000 bestemtes også porøsiteten og λ -værdierne (λ er varmeoverføringskoefficienten) med de følgende resultater:

	<u>Temperatur i °C</u>	<u>Porøsitet af Wictherm</u>
5	20	84,0%
	1000	89,4%

	<u>Temperatur i °C</u>	<u>λ-værdi for Wictherm</u> <u>i W/(m²·°C)</u>
10	20	0,07
	300	0,11
15	600	0,17
	900	0,22
	1.000	0,24

20 λ -værdierne bestemtes under anvendelse af varmetrådsfremgangsmåden. Andre λ -værdier for Wictherm opnåedes under anvendelse af varm/kold-overflade-fremgangsmåden og er udtrykt i gennemsnitstemperaturer. Også svind i både længde, bredde og tykkelse bestemtes, hvilket gav de følgende resultater:

25

	<u>t i °C (genn.s.) *</u>	<u>Kcal/m/h/°C</u>
	200	0,0555
	400	0,0758
5	600	0,1055
	800	0,1344

	<u>t i °C</u>	<u>Svind i %</u>
10	gennemvarmet	2,22 længde
	ved 1.000°C	2,19 bredde
	i 12 timer **	4,88 tykkelse

15 * Forsøget udførtes ifølge BS 1092, del 1 A, 1966 ***.

** Ifølge BS 2972, 1975 ***

*** BS betyder "British Standard".

20

Selvom opfindelsen er beskrevet som arbejdende med en i det væsentlige konstant trykforskel mellem trykket i blandetanken 12 og autoklaven 10, må man forstå, at denne trykdifference om 25 ønsket kan varieres i henhold til et forholdsbestemt mønster som funktion af tiden.

Overføringsprocessen repræsenterer en balance mellem modstri-
dende interesser. For at minimalisere en uønsket fortsættelse
30 af reaktionen mellem bestanddelene i autoklaven 10 bør indhol-
det i autoklaven 10 overføres til blandetanken 12 i et kendt,
men kort tidsrum. Typisk er en tid på 10-12 min. fundet prak-
tisk både med hensyn til at minimalisere den fortsatte reak-
tion mellem disse bestanddele og for at forøge anlæggets ef-
35 fektivitet ved at minimalisere cyklustiden. Naturligvis kan
man indarbejde længere overførselstider om ønskeligt. På den
anden side vil en for hurtig overførsel af indholdet fra auto-

klaven 10 til blandetanken 12 resultere i nedbrydning og opdeling af calciumsilikatkrystallerne. Følgelig er det fundet, at man kan afveje disse to modstridende interesser til at give en overførselstid, som både nedsætter den nødvendige totale
5 tid for at behandle en charge calciumsilikat fra begyndelsen af reaktionen til overførslen af reaktionsproduktet fra autoklaven 10 til blandetanken 12, og samtidigt forhindre forringelse af reaktionsproduktet. I henhold til opfindelsen kan man således optimere fremgangsmåden for at opnå en effektiv udnyttelse af anlægget og samtidigt opnå et reaktionsprodukt, som
10 har de forudsagte ønskelige egenskaber.

Det ovenfor beskrevne anlæg tillader overførsel af indholdet fra autoklaven 10 til blandetanken 12 under en i det væsentlige konstant trykdifferens, selvom trykket i autoklaven 10 falder, og derved sikre at strømmen af reaktionsprodukterne fra autoklaven 10 gennem varmeveksleren 11 sker ved en i det væsentlige kontrolleret og konstant strømningshastighed på en sådan måde, at reaktionsprodukterne ikke nedbrydes eller degenerer på en måde, som er ødelæggende for egenskaberne ved det endelige reaktionsprodukt. Længden af tømmeorganerne, som omfatter løfteventilen 17, ledningerne 11c og 11d, ventilen 11e og røret 12c, samt trykdifferencen er sådan, at strømningshastigheden for reaktionsprodukterne under udtømningen vælges
20 til at undgå ødelæggelse af produktet. Anvendelsen af en varmeveksler til at fjerne varme fra reaktionsprodukterne hjælper til med at stabilisere produkterne på en hurtig måde under deres overførsel fra autoklaven 10 til blandetanken 12, så det færdige produkt fremstillet på basis af reaktionsprodukterne opviser en ensartethed i egenskaberne, som ikke hidtil har kunnet opnås. I henhold til en udførelsesform opnås dette ved at sikre, at Reynolds' tal for strømningsprodukterne i det væsentlige er laminær, det vil sige lavere end turbulente strømningsbetingelser, som danner uønskede nedbrydningskræfter i
35 reaktionsprodukterne. Reynolds' tal for strømningsprodukterne er mindre end 4000 og fortrinsvis større end 200. Således har Reynolds' tal i området 200-600 været anvendt med tilfreds-

stillende resultat.

Endvidere bør det forstås, at vandet fra varmeveksleren 11 om
ønsket kan anvendes til andre formål end som reaktionsbestand-
5 del for den næste charge af calciumsilikat, der skal fremstil-
les i autoklaven 10. Dette vand kan for eksempel anvendes som
varmekilde i andre reaktionsprocesser.

Et træk ved den foreliggende opfindelse er, at densiteten af
10 det endelige silikat-isoleringsprodukt kan varieres ved at æn-
dre trykket, som påføres en given mængde calciumsilikat i fil-
terpressen 15. Den endelige densitet bestemmes af filterpres-
sekraften og mængden af calciumsilikat i opslæmningen indført
i filterpressen 15.

15

Det endelige slutprodukt vil efter tørring typisk indeholde 3-
5 vægtprocent vand. Det er ikke økonomisk at tørre calciumsi-
likat-isoleringen yderligere, da den så kun vil absorbere vand
fra atmosfæren.

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til chargevis fremstilling af calciumsilikat-isolering, k e n d e t e g n e t ved trinene: At man blander reaktionsdele bestående af calciumhydroxid og siliciumdioxid til at give et molforhold mellem calciumoxid og siliciumdioxid på ca. 1:1 og vand i en autoklav, at man opvarmer reaktionsbestanddelene til en valgt temperatur og et valgt tryk i et valgt tidsrum tilstrækkeligt til at betinge dannelsen af et reaktionsprodukt i det væsentlige bestående af xonotlitkry-

5

10

staller, at man overfører reaktionsprodukterne i autoklaven fra denne gennem en fremløbsledning til en blandetank ved udløbet af den valgte tid, idet trykket i blandetanken holdes en forud fastsat værdi lavere end trykket i autoklaven under overførslen af reaktionsprodukterne fra denne til blandetanken,

15

at man samtidigt fjerner en del af varmen fra reaktionsprodukterne, mens de passerer fremløbsledningen, at man tilsætter et valgt fibermateriale til reaktionsprodukterne og blander fibermaterialet i det væsentlige ensartet med reaktionsproduk-

20

terne til dannelse af en opslæmning, at man fjerner en valgt mængde vand fra opslæmningen, og at man former opslæmningen til en selektivt formet isolering.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at man ved overførslen af reaktionsprodukterne fra autoklaven til blandetanken overfører en del af varmen i reaktionsproduk-

25

terne til et andet materiale, for at gøre den overførte varme tilgængelig for videre anvendelse.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved, at man anvender vand som det nævnte andet materiale til modtagelse af den fra reaktionsprodukterne overførte varme, hvilket opvarmede vand er egnet som reaktionsdel i autoklaven.

30

4. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-3, k e n d e t e g n e t ved, at man overfører reaktionsprodukterne til blandetanken med en sådan hastighed gennem fremløbsledningen,

35

at de ikke ændres væsentligt gennem strømningsprocessen.

5. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-4, k e n d e -
t e g n e t ved, at man gennemfører overførslen af varme fra
5 reaktionsprodukterne med en sådan hastighed, at reaktionspro-
dukterne stabiliseres i en valgt form, inden de ankommer til
blandetanken.

6. Fremgangsmåde ifølge ethvert af de foregående krav, k e n -
10 d e t e g n e t ved, at man overfører reaktionsprodukterne
fra autoklaven gennem fremløbsledningen til blandetanken med
et Reynolds' tal på under 4.000.

7. Fremgangsmåde ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t ved,
15 at man gennemfører overførslen af reaktionsprodukterne fra au-
toklaven til blandetanken ved laminar strømning gennem frem-
løbsledningen.

8. Fremgangsmåde ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved,
20 at man lader den laminare strømning have et Reynolds' tal på
ca. 200.

9. Fremgangsmåde ifølge ethvert af de foregående krav, k e n -
d e t e g n e t ved, at trykforskellen mellem autoklaven og
25 blandetanken holdes mindre end ca. 1,5 bar under overførslen
af reaktionsprodukterne.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 9, k e n d e t e g n e t ved,
at trykforskellen mellem autoklaven og blandetanken holdes ved
30 ca. 0,4 bar.

11. Fremgangsmåde ifølge ethvert af de foregående krav,
k e n d e t e g n e t ved, at man ved trinnet med tilsætning
af fibermateriale først tilsætter ikke-nodulerede mineralulds-
35 fibre ensartet dispergeret i vand og derefter cellulosefibre
også ensartet dispergeret i vand.

12. Fremgangsmåde ifølge krav 11, k e n d e t e g n e t ved, at vægten af de ikke-nodulerede mineraluldsfibre og cellulosefibrene hver udgør ca. 2,5 vægtprocent af vægten af calciumhydroxidet og siliciumdioxidet anvendt ved dannelse af calciumsilikatet.

13. Fremgangsmåde ifølge ethvert af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at trinnet med fjernelse af en valgt mængde vand fra opslæmningen til dannelse af en selektivt formet isolering omfatter: at man anbringer opslæmningen i en form, fjerner yderligere vand fra opslæmningen og underkaster opslæmningen i formen et tryk i et valgt tidsrum til dannelse af et formet produkt, og at man tørre det formede produkt til fjernelse af i alt væsentligt det resterende vand til dannelse af en calciumsilikat-isolering.

14. Fremgangsmåde ifølge krav 13, k e n d e t e g n e t ved, at det formede produkt tørres ved bestråling med infrarødt lys.

15. Anlæg til brug ved udøvelse af den i krav 1 omhandlede fremgangsmåde til chargevis fremstilling af calciumsilikat-isolering, hvilket anlæg omfatter en autoklav (10) for anvendelse ved dannelse af et reaktionsprodukt, en blandetank (12) til at modtage reaktionsprodukter, som er dannet i autoklaven (10), og en fremløbsledning (11c, 11d, 12c), som forbinder autoklaven (10) med blandetanken (12), k e n d e t e g n e t ved, at anlægget har organer (13) indrettet til på kontrolleret måde at fastholde et lavere tryk i blandetanken (12) end i autoklaven (10) under overførslen af reaktionsprodukterne fra autoklaven gennem fremløbsledningen (11c, 11d, 12c) til blandetanken (12) og organer (11) til at fjerne en del af varmen fra reaktionsprodukterne under disses passage gennem fremløbsledningen.

16. Anlæg ifølge krav 15, k e n d e t e g n e t ved, at organerne (13) til fastholdelse af tryk omfatter: Organer (12a)

udformet til at bestemme trykket i blandetanken (12) og give et første udgangssignal repræsentativt for trykket i blandetanken, organer (10a) indrettet til at bestemme trykket i autoklaven (10) og give et andet udgangssignal repræsentativt for trykket i autoklaven, organer (101), som på basis af det første og det andet udgangssignal er indrettet til at holde trykket i blandetanken (12) på et i det væsentlige konstant niveau under trykket i autoklaven (10).

10 17. Anlæg ifølge krav 15, k e n d e t e g n e t ved, at anlægget yderligere omfatter organer (11) i direkte tilslutning til en del af fremløbsledningen (11c, 11d, 12c) for at kunne overføre en del af varmen fra reaktionsprodukterne til et lagringsmedium, såsom vand, i en lagertank (21).

15

18. Anlæg ifølge krav 15, k e n d e t e g n e t ved, at anlægget omfatter en trykaflastningsventil (101) og organer (10a, 12a, 13, 101) til at kunne fastholde trykket i blandetanken (12) på et forud fastsat niveau under trykket i autoklaven (10).

20

