

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 152396 B



(21) Patentansøgning nr.: 1417/80

(51) Int.Cl.⁴ F 26 B 3/00

(22) Indleveringsdag: 01 apr 1980

F 26 B 21/14

(41) Alm. tilgængelig: 06 okt 1980

(44) Fremlagt: 22 feb 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 05 apr 1979 GB 7912060

(71) Ansøger: *BFG GLASSGROUP; 7 rue de Teheran; Paris, FR

(72) Opfinder: Hans-Henning *Nolte; DE, Werner *Brosker; DE, Werner *Janning; DE, Marcel de *Boel; BE

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Lehmann & Ree

(54) Fremgangsmåde til fjernelse af vand fra et legeme af vådt, opsvulmeligt materiale

(56) Fremdragne publikationer

DE pat. nr. 923719
GB pat. nr. 1238053
US pat. nr. 2112256, 2952921

DK 152396 B

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til fjernelse af vand fra et legeme af vådt, opsvulmeligt materiale ved at opvarme det i en tidsperiode, i hvilken vandet får lov til at afdampe.

Legemer af opsvulmeligt materiale er brugbare til forskellige
5 formål, og en speciel anvendelse er som brandafskærmende glaspaneler, i hvilke et lag af opsvulmeligt materiale indføres mellem to gennemsigtige plader. Når legemet af opsvulmeligt materiale bruges på denne måde, skal det være meget gennemsigtigt, når det inkorporeres i panelet.

Højkvalitetslag af opsvulmeligt materiale fremstilles sædvanligvis ud
10 fra en vandig opløsning eller suspension af det opsvulmelige materiale, idet vand tvinges eller får lov til at afdampe til dannelse af et fast lag.

Et problem man støder på ved fremstilling af højkvalitetslag af op-
svulmeligt materiale er tilsynekomsten af mikrobobler i laget på grund af
tilstedeværelse af luft, som er blevet opløst i den opløsning, fra hvilken
15 laget blev fremstillet. Sådanne mikrobobler kommer ofte til syne under de sidste trin af tørringsperioden, og deres antal har tendens til at stige, når panelet bliver ældre, selv efter at tørringen er fuldstændig. Disse mikrobobler har tendens til at samles og forene sig, således at de fremkomne større bobler er synlige med det blotte øje. Dette er klart
20 uheldigt i et højkvalitetslag.

Det er et formål med den foreliggende opfindelse at reducere eller eliminere dannelsen af sådanne mikrobobler.

Dette formål opnås med den indledningsvis angivne fremgangsmåde, som ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at der i den atmosfære, der
25 er kontakt med det opsvulmelige materiale, under mindst en del af opvarmningsperioden indføres én eller flere gasser, som er mindre opløselig end oxygen i det opsvulmelige materiale, og/eller én eller flere gasser, som er dampfasen af en solvent for legemet.

Tilstedeværelsen af luft, som kan give anledning til dannelse af
30 mikrobobler i et legeme af tørret opsvulmeligt materiale kan tilskrives et antal årsager:

- i) der kan være luft tilstede i det vand, der oprindeligt anvendtes til at fremstille den opløsning eller suspension, fra hvilken legemet fremstilles,
- 35 ii) der kan indføres luft ved omrystning under blanding af opløsningen eller suspensionen,
- iii) der kan indføres luft ved omrystning under udhældning af opløsningen eller suspensionen,
- iv) der kan diffundere luft ind i legemet, medens det står og

venter på at blive tørret, og

- v) der kan indføres luft i opløsningen eller suspensionen under selve tørringsprocessen.

5 Operation i overensstemmelse med opfindelsen reducerer direkte eller eliminerer indføringen af atmosfæriske gasser under tørringsprocessen og hjælper med til at fjerne atmosfæriske gasser, der er indført på et tidligere trin.

10 Den nøjagtige sammensætning af gassen eller gasserne i mikroboblerne kendes faktisk ikke præcist. Det antages, at tilstedeværelsen af disse mikrobobler hovedsagelig skyldes kontakt mellem det opsvulmelige materiale og atmosfærisk oxygen. Indføringen af den mindre opløselige gas eller en solventdamp for legemet har den virkning, at oxygenandelen i den atmosfære, der er i kontakt med det opsvulmelige materialelegeme under tørring, reduceres. Nedsættelse af oxygenandelen
15 i den atmosfære, der er i kontakt med legemet under tørringen, fremmer vandringen af oxygen fra legemet til atmosfæren, og nedsætter vandringen af oxygen i den modsatte retning. Hvad enten denne teori er korrekt eller ej, forbliver det en kendsgerning, at operation i overensstemmelse med opfindelsen nedsætter og i nogle tilfælde endog eliminerer
20 tilsynekomsten af mikrobobler i det tørrede opsvulmelige legeme. Når der anvendes en mindre opløselig gas, er det faktisk muligt, at mindre mængder af den vil opløses i legemet, og mikrobobler af denne gas kan komme tilsyne under ældning af det tørrede legeme. På grund af den mindre mængde af opløst gas i legemet vil sådanne mikrobobler
25 imidlertid synes mindre i størrelse og antal og vil ikke have en så ugunstig virkning på den optiske kvalitet af legemet. Når der anvendes solventdamp, enten alene eller i kombination med den mindre opløselige gas, kan solvent, som måtte være vandret ind i legemet, uddrives ved tørringsprocessen, og i alle tilfælde vil dens tilstedeværelse ikke føre til
30 mikrobobler.

Det foretrækkes specielt, at den atmosfære, der er i kontakt med legemet under tørringen, hovedsagelig skal bestå af mindst en sådan mindre opløselig gas med eventuel tilsætninger af mindst én solventdamp, eftersom dette vil sikre, at praktisk talt ingen luft er i kontakt
35 med legemet under tørringsperioden.

Indføring af dampfasen af en solvent for legemet i den atmosfære, der er i kontakt med legemet, som det foretrækkes, kunne tænkes at have en ugunstig virkning på den krævede tørringsperiode. Dette er ikke nødvendigvis tilfældet, og når vanddamp, som foretrækkes mest,

indføres i atmosfæren, kan tørringstiden faktisk nedsættes, hvilket er meget fordelagtigt ved serieproduktion.

Det i denne beskrivelse anvendte udtryk "vanddamp" omfatter våd vanddamp.

5 Når vand uddrives ved opvarmning af et legeme af opsvulmeligt materiale i en tør atmosfære, forekommer der en meget stejl gradient for den relative fugtighed i den atmosfære, der er i den umiddelbare nærhed af legemets overflade, og dette fører til fordampning fra legemeoverfladen med en hastighed, som ofte er hurtigere end den, med
10 hvilken vandet kan vandre til overfladen fra de dybere lag af legemet. Dette fører til, at der på overfladen dannes en skorpe, som hæmmer yderligere fordampning og dermed yderligere tørring. En sådan skorpe har også en ugunstig virkning på den optiske kvalitet af det tørrede legeme. Ved, som det foretrækkes, at tørre legemet i en relativ fugtig
15 atmosfære, nedsættes eller elimineres tendensen til dannelse af en sådan skorpe. For tørring ved enhver given temperatur nedsættes fordampningshastigheden, når den relative fugtighed i atmosfæren stiger, og tørringen sker da jævnt gennem hele legemet. Dette betyder på den anden side, at der kan tilføres mere varme til legemet, således at
20 tørringen skrider hurtigere frem.

Fortrinsvis indføres vanddamp i atmosfæren i en mængde, der er tilstrækkelig til at holde atmosfærens relative fugtighed på mindst 50%, og en mindre opløselig gas indføres også i atmosfæren.

Fortrinsvis holdes den relative fugtighed af den atmosfære, der er
25 i kontakt med legemet af opsvulmeligt materiale under tørringen af dette, på mindst 80%

Vanddamp indføres fordelagtigt fra en kilde, som ligger uden for et indelukke, i hvilket legemet opvarmes, eftersom dette gør det lettere at kontrollere den indførte mængde.

30 Fortrinsvis indføres vanddampen i det mindste inden for den periode, i hvilken temperaturen af legemet hæves. Dette har yderligere gunstige virkninger på gennemsigtigheden af det således dannede legeme.

Fortrinsvis begynder indføringen af vanddamp praktisk talt sam-
35 tidigt med, at legemet af opsvulmeligt materiale udsættes for varme, og indføringen af vanddamp fortsætter fordelagtigt i det mindste så længe temperaturen af legemet hæves. Disse træk bidrager hver for sig til at reducere tendensen til skorpedannelse.

I den mest foretrukne udførelsesform for opfindelsen holdes temperaturen af legemet på et hævet niveau før afkøling, og indføringen af vanddamp finder sted i det mindste gennem hele denne periode, og i nogle udførelsesformer for opfindelsen finder indføringen af vanddamp faktisk sted gennem hele tørringsperioden fra starten af opvarmningen og mindst indtil legemet får lov til at begynde af afkøle.

Legemet opvarmes fordelagtigt til en temperatur på mindst 50°C og optimalt til en temperatur på mindst 75°C . Ved opvarmning i en sådan grad fremmes hurtig tørring. Ydermere vil der være en forøget vandringshastighed af vandmolekylerne fra dybden af legemet til dets overflade, således at tørringen vil foregå mere jævnt. Ved opvarmning af legemet til en temperatur over 90°C kan gasser i virkeligheden uddrives af opløsningen, idet opløsningen er tilstrækkelig flydende til at tillade de således dannede mikrobobler at undslippe.

Det skal selvfølgelig huskes, at legemet ikke må opvarmes så meget, at vandet deri koger, eftersom dette vil give årsag til optiske skavaniker i legemet og kan forårsage for tidlig opsvulmning af det anvendte materiale.

I udførelsesformer for opfindelsen, i hvilke legemet opvarmes til 100°C eller derover, udføres en sådan opvarmning følgelig i en autoklave ved et superatmosfærisk tryk, og forskellen mellem dette tryk og partialtrykket af vanddampen i atmosfæren i autoklaven er højest 500mm Hg. Partialtrykket af vanddamp i autoklaveatmosfæren bør ikke være meget mindre end trykket i denne atmosfære, skønt det selvfølgelig må være under damptrykket for legemet af vådt opsvulmeligt materiale for at muliggøre tørring.

Fortrinsvis anvendes SF_6 som den eller en mindre opløselig gas. CF_4 , N_2 og cyclohexan er andre egnede gasser.

Hvis overfladekvaliteten af legemet (dvs. skorpedannelse) kun er af marginal vigtighed, er det muligt i overensstemmelse med opfindelsen at nøjes med kun at indføre en mindre opløselig gas. Dette er specielt tilfældet, når der arbejdes ved lavere temperaturer, hvor problemet med skorpedannelse ikke er akut.

For yderligere at reducere mængden af luft i opløsningen før tørring, foretrækkes det at vælge at gøre brug af én eller flere af følgende tre valgfrie træk:

- i) at fremstille det våde opsvulmelige materiale under anvendelse af afluftet vand,
- ii) at udsætte det våde opsvulmelige materiale for varme og/eller

- lave trykbetingelser under eller efter blanding, og
- iii) at udhælde det våde opsvulmelige materiale til dannelse af legemet under lave trykbetingelser.

Af disse træk giver måske det tredje de bedste resultater.

- 5 Vandet fjernes fordelagtigt fra legemet til efterladelse af en tynd film, f.eks. 8 mm eller mindre, fortrinsvis 5 mm eller mindre og optimalt 3 mm eller mindre i tykkelse, og fortrinsvis er det mindst 0,5 mm i tykkelse. Sådanne lag kan tilvejebringe meget effektive brandafskærmende barrierer samtidig med, at de er gennemsigtige før udbruddet af
- 10 brand.

- Den foreliggende opfindelse kan anvendes ved tørring af forskellige opsvulmelige materialer, men her tænkes specielt på tørring af opsvulmelige materialer omfattende et hydratiseret metalsalt, specielt et hydratiseret salt af aluminium eller et alkalimetal. Eksempler på egnede
- 15 salte er som følger:

- | | |
|-------------|--|
| aluminater, | f.eks. natrium- eller kaliumaluminat |
| plumbater, | f.eks. natrium- eller kaliumplumbat |
| stannater, | f.eks. natrium- eller kaliumstannat |
| aluner, | f.eks. natriumaluminiumsulfat eller kaliumaluminium- |
| 20 | sulfat |
| borater, | f.eks. natriumborat |
| phosphater, | f.eks. natriumorthophosphater, kalium- |
| | orthophosphater og aluminiumphosphat. |

- Specielt skal nævnes hydratiserede alkalimetalsilikater, som er de
- 25 mest foretrukne opsvulmelige materialer.

- Disse materialer har meget gode egenskaber i forbindelse med det tilsigtede formål. De er i mange tilfælde i stand til at danne lys-transmitterende lag, som klæber godt til glas eller vitrokrySTALLINSK materiale. Ved tilstrækkelig opvarmning koger det bundne vand, og
- 30 laget/lagene skummer, således at det hydratiserede metalsalt bliver omdannet til et ugenomsigtigt, porøst legeme, som er meget termisk isolerende og forbliver klæbet til glasset eller det vitrokrySTALLINSKE materiale.

- Dette træk er specielt vigtigt, eftersom selv hvis alle panelets
- 35 strukturlag revner eller går itu af termisk chok kan panelet bevare sin funktion som barriere mod varme og røg, da fragmenterne af lagene vil kunne forblive i position bundet sammen af det omdannede metalsalt.

Alkalimetalsilikatet er fortrinsvis natriumsilikat. Natriumsilikat har den yderligere fordel at være relativt billigt.

Det ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen dannede lag af opsvulmeligt materiale kan indlejres mellem to lystransmitterende plader til dannelse af et lystransmitterende, brandafskærmende panel.

5 Foretrukne udførelsesformer for opfindelsen vil nu blive beskrevet ved hjælp af eksempler under henvisning til den tilhørende skematiske tegning, hvor:

figur 1 illustrerer et behandlingskammer, i hvilket et lag af alkalimetalsilikat tørres på en understøtning, og

10 figur 2 illustrerer et lystransmitterende, brandafskærmende panel inkorporerende et sådant lag af alkalimetalsilikat.

På figur 1 bæres et lag 1 af vådt alkalimetalsilikat af en understøttende plade 2, der igen understøttes af ben 3 i et tørringskammer 4. Et gasindføringsrør 5 og udføringsrør 6 står i forbindelse med et indre 7 i tørringskammeret, således at det kan overskylles efter
15 indføring af silikatlaget 1 og før og/eller under tørring med én eller flere gasser, der er mindre opløselige end oxygen i silikatlaget og/eller med dampfasen af én eller flere solventer for laget. Om ønsket kan indførings- og udføringsrørene 5,6 udgøre en del af et lukket kredsløb (ikke vist) omfattende en cirkulationspumpe, én eller flere gasreservoirer, midler til kontrol af gas/dampblandingen, og/eller opvarmningsmidler. Hvis den gas eller blanding, der strømmer gennem indføringsrøret 5 ikke er opvarmet, må kammeret 4 være det, f.eks. ved hjælp af opvarmningselementer (ikke vist) anbragt inden i dets vægge eller dets indre 7. I nogle udførelsesformer for opfindelsen opretholdes gas- eller
25 blandingscirkulationen gennem hele tørringsperioden, og i andre udførelsesformer ophører en sådan cirkulation, så snart en ønsket atmosfære er blevet indført i tørringskammeret. I afvigende udførelsesformer mangler sådanne cirkulationsmidler, idet laget og dets understøtning blot bliver anbragt i et tørringskammer, i hvilket den ønskede atmosfære forefindes.
30

Understøtningen 2 for silikatlaget 1 kan være og er fortrinsvis en gennemsigtig plade i et glaspanel, i hvilket laget skal inkorporeres.

Figur 2 viser et lag 8 af hydratiseret alkalimetalsilikat, som er blevet tørret under anvendelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, medens det er understøttet af en glasplade 9. Tørringsprocessen bevirker, at laget 8 og pladen 9 blev bundet sammen. En anden glasplade 10 lægges over silikatlaget 8, således at laget ligger mellem pladerne. Denne sammenlagte enhed kan simpelthed anbringes i en ramme (ikke vist), men bindes fortrinsvis sammen til frembringelse af et
35

laminat på en hvilken som helst egnet måde. Den optimale tykkelse af laget 8 vil afhænge af de foreliggende omstændigheder. Et lag så tyndt som 0,1 mm kan tilvejebringe en tilfredsstillende barriere mod lavtemperaturbrande. Hvis der kræves en større grad af brandbeskyttelse, kan laget fremstilles tykkere, men forøgelse af tykkelsen vil forårsage en stigning i den lysmængde, der vil blive absorberet af laget. Det bedste kompromis findes sædvanligvis at være en tykkelse i området fra 0,5 mm til 3 mm. Om ønsket kan tørringskammeret 4 udgøres af en autoklave til tørring ved hævede tryk.

10

Fremgangsmåde ifølge kendt teknik

En opløsning af hydratiseret natriumsilikat udhældtes til den ønskede tykkelse på en horisontal glasplade, som derefter fik lov til at tørre i et rum holdt ved 28-30°C.

15 Det viste sig, at arbejde ved højere temperaturer medførte risiko for skorpedannelse på overfladen af silikatlaget, når det tørrede.

Den anvendte opløsning havde følgende egenskaber.

Vægtforhold: $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ = 3,4:1

Densitet: = 37° - 40° Baumé

20

Viskositet: = 0,2 Pa s

I løbet af tørringsperioden var den relative fugtighed i rummet gennemsnitligt ca. 50%. Laget tørredes i en periode på 44 timer, indtil det havde et restvandindhold på mellem 30 og 35 vægt%. Det tørrede lag 25 var 1,2 mm tykt.

Ved undersøgelse fandtes laget at indeholde mikrobobler, der havde en diameter i området fra 0,1 til 0,8 mm.

EKSEMPEL 1

30 Den samme opløsning af hydratiseret natriumsilikat udhældtes under de samme betingelser til dannelse af et lag af samme tykkelse. Laget tørredes derefter i et tørringskammer i en periode på 24 timer, indtil det havde et lignende restvandindhold. Tørringskammeret holdtes ved 50°C, og dets indre atmosfære udgjordes af SF_6 med en relativ fugtighed på 50%. 35

Laget inkorporeredes i et panel og udsattes for en accelereret ældningsprøve ved at holde det ved en temperatur på 70°C.

Ved undersøgelse af laget før og efter ældningsprøven, observeredes et fuldstændigt fravær af mikrobobler. Efter ældning bemærkedes

imidlertid en let turbiditet i laget, som ved undersøgelse ved stor forstørrelse ($\times 500$) viste sig at skyldes skyer af mikroskopiske bobler. Det totale volumen af disse bobler var ca. $1/100$ af det, der blev fundet ved anvendelse af den ovenfor beskrevne kendte fremgangsmåde. Det
5 formodes, at denne turbiditet skyldes opløsning og efterfølgende frigørelse af SF_6 .

I en variant af dette eksempel anvendtes CF_4 i stedet for SF_6 . Der blev opnået lignende resultater.

10

EKSEMPEL 2

Et natriumsilikatlag af samme tykkelse fremstilledes på samme måde som i eksempel 1 og tørredes derefter i samme grad i 18 timer i et kammer fyldt med luft ved $95^{\circ}C$ og 85% relativ fugtighed. Der blev ikke dannet nogen skorpe på overfladen af laget på grund af den høje
15 relative fugtighed, og på grund af den høje temperatur og det reducerede partialtryk af luft, hvilket skyldtes den høje relative fugtighed, blev næsten al den luft, der var opløst i laget, uddrevet under tørringen.

Efter tørringen blev der ikke observeret nogen mikrobobler eller
20 turbiditet.

Efter at panelet var blevet udsat for den samme ældningsprøve, blev det igen undersøgt, og der observeredes ingen turbiditet. Der sås imidlertid isolerede mikrobobler, men disse var betydelig mindre og færre i antal end dem, der blev observeret efter tørring ved den
25 kendte teknik. Den totale forekomst af observerede bobler var ca. $1/100$ af det, der blev observeret efter tørring ved den kendte teknik.

EKSEMPEL 3

Et natriumsilikatlag med samme tykkelse fremstilledes på samme
30 måde som i de tidligere eksempler og tørredes derefter i samme udstrækning i 18 timer i et kammer fyldt med SF_6 ved $95^{\circ}C$ og 85% relativ fugtighed.

Laget inspiceredes før og efter den samme ældningsprøve, og der observeredes ingen skorpedannelse, mikrobobler eller turbiditet.

35 Ved sammenligning af dette eksempel med eksempel 1 er partialtrykket af SF_6 reduceret på grund af det meget højere partialtryk af vanddamp i den atmosfære, der er i kontakt med laget under tørringen, således at SF_6 ikke opløses til mætningsniveau i silikatlaget. Der er således i modsætning til tilfældet i eksempel 1 intet overskud af SF_6 ,

der skal uddrives af laget ved ældning. Eventuelt SF_6 , der er til stede i laget, kan forblive opløst i dette.

EKSEMPEL 4

5 Et natriumsilikatlag med samme tykkelse fremstilledes på samme måde som i de tidligere eksempler og tørredes derefter i samme udstrækning i 3 timer i en autoklave fyldt med SF_6 ved 4 bar, 140°C og med lav partialtryk af vand.

Laget inspiceredes derefter før og efter den samme ældningsprøve.

10 På grund af den høje temperatur opnåedes en meget kort tørrings-tid. Men på grund af den høje temperatur var det nødvendigt at arbejde ved hævet tryk for at undgå for tidlig opsvulmning eller kogning af laget. Som et resultat af det hævede tryk, opløstes mere SF_6 i laget end det var tilfældet, når arbejdet skete ved normalt tryk
15 (se eksempel 1), så efter den samme ældningsprøve var turbiditets-graden noget større end den, der blev observeret i tilfældet i eksempel 1. Ikke desto mindre udgør dette eksempel en forbedring i forhold til den ovenfor anførte kendte teknik.

EKSEMPEL 5

20 Et natriumsilikatlag af samme tykkelse fremstilledes på samme måde som i de tidligere eksempler og tørredes derefter i 4 timer i en autoklave fyldt med en blanding af luft og vanddamp ved 4 bar og 140°C . Partialtrykket af vanddampen var 3,4 bar.

25 Det ved denne tørringsproces opnåede resultat lignede, bortset fra en meget kortere tørringsperiode, meget de resultater, der blev opnået ved fremgangsmåden i eksempel 2.

EKSEMPEL 6

30 I en variation af eksempel 2 fremstilledes natriumsilikatlaget ved at udhælde en opløsning, som tidligere var blevet opvarmet til 95°C ved atmosfærisk tryk til uddrivelse af luft, der var blevet opløst deri under blandingen af opløsningen. Det viste sig, at dette gav en yderligere reduktion i det antal mikrobobler, der observeredes efter ældning.

35 I en variation af dette eksempel udsattes opløsningen for et tryk på fra 50 til 150 mm Hg, medens den holdtes ved 25°C til uddrivelse af opløst luft. Der opnåedes lignende resultater.

I en anden variation opvarmedes opløsningen til 60°C og udsattes for et tryk på 200 mm Hg før fremstillingen af laget. Igen reduceredes forekomsten af mikrobobler i det tørrede lag efter ældning yderligere.

EKSEMPEL 7

I en variation af eksempel 2 udhældtes natriumsilikatopløsningen til dannelsen af laget i et kammer, hvis atmosfære holdtes ved et tryk på 5 fra 50 til 150 mm Hg, medens temperaturen af opløsningen var ca. 25°C.

Det viste sig, at forekomsten af mikrobobler i det tørrede lag efter ældning reduceredes endnu mere.

EKSEMPEL 8

10 I variationer af ethvert af de forudgående eksempler anvendtes et af nedenstående salte i hydratiseret form i stedet for det hydratiserede natriumsilikat.

kaliumsilikat
natriumaluminat
15 kaliumaluminat
natriumplumbat
kaliumplumbat
natriumstannat
kaliumstannat
20 natriumaluminiumsulfat
kaliumaluminiumsulfat
natriumborat
natriumorthophosphater
kaliumorthophosphater
25 aluminiumphosphat.

30

35

P a t e n t k r a v .

1. Fremgangsmåde til fjernelse af vand fra et legeme af vådt, opsvulmeligt materiale ved opvarmning af det i en tidsperiode, i hvilken
5 vand får lov til at afdampe, k e n d e t e g n e t ved, at der i den atmosfære, der er i kontakt med det opsvulmelige materiale, under mindst en del af opvarmningsperioden indføres én eller flere gasser, som er mindre opløselig end oxygen i det opsvulmelige materiale, og/eller én eller flere gasser, som er dampfasen af en solvent for legemet.
- 10 2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der indføres vanddamp i atmosfæren.
3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved, at der indføres vanddamp i en tilstrækkelig mængde til at holde atmosfærens relative fugtighed på mindst 50%, og at der også indføres en
15 mindre opløselig gas i atmosfæren.
4. Fremgangsmåde ifølge krav 2 eller 3, k e n d e t e g n e t ved, at den relative fugtighed af den atmosfære, der er i kontakt med legemet af opsvulmeligt materiale under tørring af dette, holdes på mindst 80%.
- 20 5. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 2 til 4, k e n d e t e g n e t ved, at vanddampen indføres fra en kilde, som ligger uden for et indelukke, i hvilket legemet opvarmes.
6. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de forudgående krav, k e n d e t e g n e t ved, legemet opvarmes til en temperatur
25 på mindst 50°C og optimalt til en temperatur på mindst 75°C.
7. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 2 til 6, k e n d e t e g n e t ved, at legemet opvarmes til 100°C eller derover, at denne opvarmning udføres i en autoklave ved et superatmosfærisk tryk, og at forskellen mellem dette tryk og partialtrykket
30 af vanddamp i atmosfæren i autoklaven højst er 500 mm Hg.
8. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de forudgående krav, k e n d e t e g n e t ved, at den mindre opløselige gas er SF₆.
9. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de forudgående krav, k e n d e t e g n e t ved, at det våde opsvulmelige materiale
35 udhældes under lave trykbetingelser til frembringelse af legemet.

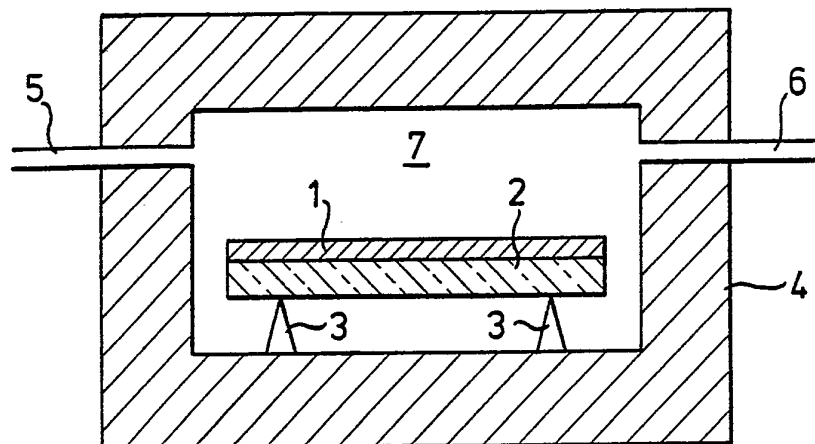


FIG. 1

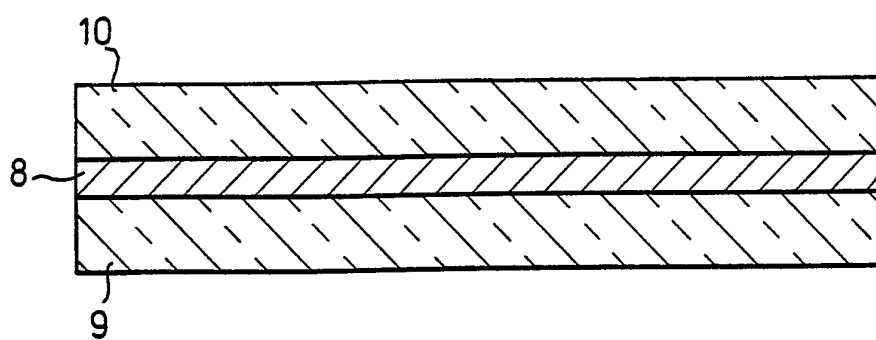


FIG. 2