

(19)



(10)

LT 4609 B

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patento numeris: **4609**

(51) Int. Cl.⁶: **C01B 33/24**

(21) Paraiškos numeris: **98-065**

(22) Paraiškos padavimo data: **1998 05 08**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1999 11 25**

(45) Patento paskelbimo data: **2000 01 25**

(72) Išradėjas:

Kęstutis Kostas Klupšas, LT

Marijonas Sinica, LT

Raimundas Sukarevičius, LT

(73) Patento savininkas:

Termoizoliacijos institutas, Linkmenų g. 28, 2600 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų gamybos būdas

(57) Referatas:

Ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų gamybos būdas gali būti panaudotas aukštomis temperatūroms atsparių termoizoliacinių medžiagų ir dirbinių gamybai.

Ksonotlitas gaunamas suspensijose, turinčiose 3-10% kietų medžiagų, reaguojant kalkių piene esančiam CaO su smulkiai sumaltu SiO₂ hidroterminėse sąlygose, vėliau gautą produktą su arba be priedų filtruoja, formuoja gaminius ir juos išdžiovina.

Nauja yra tai, kad ksonotlito sintezę atlieka 3-5 val. sočių garų ertmėje 197-203°C temperatūroje, suteikiant žaliavų mišiniui specialios krypties judėjimą 1,62-2,69 m/s greičiu, o ksonotlito susidarymui pagreitininti naudoja gamybos atliekų filtratą, turintį savo sudėtyje 0,05-0,075% ksonotlito dalelių nuo sausų medžiagų kiekio.

Išradimas priklauso statybinių medžiagų pramonei, naudojamas ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų, kurių darbinė temperatūra iki 950°C , iš šiems temperatūroms atsparaus sintetinto hidrosilikato ksonotlito gamybai.

Iš SU autorinio liudijimo Nr.816960 išradimo aprašymo žinomas ksonotlito sintezės būdas, kur ksonotlitas sintetinamas hidroterminėse sąlygose, permaišant žaliavų mišinį, susidedantį iš kalkių ir smulkiai dispersinio SiO_2 - aliuminio fluorido gamybos atliekos, esant $V/K = 7-8$, $C/S = 1$, AlF_3 kiekiui mišinyje 1,0 - 3,5% nuo sausų medžiagų kiekio. Sintezės parametrai: temperatūra 240°C , trukmė 3-5 val. Šio būdo trūkumas tas, kad panaudojant atliekas su 1-3,5% aliuminio fluorido kiekiu, ksonotlito sintezei reikalinga aukšta temperatūra - 240°C ir ją atitinkantis didelis sočių garų slėgis - 3,3 MPa, kas yra techniškai sunkiai įgyvendinama.

LT 3803 B patente aprašyme pateiktas kalcio hidrosilikatų gavimo būdas, kuriame kaip reakcijos komponentas naudojamos gamtinės žaliavos ir pramonės gamybos atliekos - technogeniniai produktai, o reakcija vykdoma sočių garų ertmėje autoklavuose temperatūrų intervale nuo 120°C iki 250°C , esant žaliavose dispersinio aktyvaus SiO_2 ne mažiau 75%.

Šio būdo trūkumas tas, kad sintetinant ksonotlitą iš CaO ir FeSi dulkių reikalinga aukšta sočių garų temperatūra- 250°C , o sintetinant ksonotlitą iš kineskopų šlifavimo atliekų reikalingos aukšto aktyvumo kalkės, turinčios ne mažiau 85% CaO . Be to iš sintetinto ksonotlito pagamintų termoizoliacinių medžiagų tankis 250 - 350 kg/m^3 .

Išradimo uždavinys - sumažinti ksonotlitinių 950°C temperatūrai atsparių termoizoliacinių medžiagų gamybos kaštus ir gaminių tankį iki 180-250 kg/m^3 . Šį uždavinį išsprendžia ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų gamybos būdas, atliekant ksonotlito sintezę 3-5 h laikotarpyje sočių garų ertmėje $197-203^{\circ}\text{C}$ temperatūroje, žaliavų mišiniui suteikiant 1,62-2,69 m/sec judėjimo greitį ir įvedant 0,05-0,075% nuo sauso medžiagų kiekio ksonotlito dalelių su gamybos atlieka - filtratu.

Pasiekiami pranašumai pasireiškia tuo, kad hidrotermi-

nėse sąlygose reaktoriuje, vykstant reakcijai tarp CaO , SiO_2 ir H_2O dėl didelio kietų dalelių judėjimo greičio, kuris pasiškiamas trimončio sraigto ir specialaus cilindro dėka, ir dėl srauto krypties pasikeitimo atsimušus jam į reaktoriaus dugną, vyksta CaO ir SiO_2 dalelių tarpusavio trynimasis ir intensyvus jų paviršiaus apsivalymas nuo ant SiO_2 dalelių paviršiaus susidarantios kalcio hidrosilikatų plėvelės. Apsivalant dalelių paviršiams, padidėja aktyvus reaguojančių medžiagų paviršiaus plotas ir todėl greičiau vyksta kalcio hidrosilikato sintezės procesas. Reaktoriuje išvystyti suspencijos greitį didesnę kaip 2,69 m/sec netikslinga dėl žymiai didesnių energijos sąnaudų. Išvystant mažesnę kaip 1,62 m/sec greitį sumažėja dalelių trynimosi bei apsivalymo efektas ir ilgėja ksonotlito sintezės trukmė.

Be to ksonotlito susidarymą taip pat intensyvina 0,05-0,075% nuo sausų medžiagų kiekio kristalizacijos centrų - ankščiau susintetintų ksonotlito dalelių, įvedamų su gamybos atlieka filtratu priedas. Šis filtratas, kuriame ksonotlito koncentracija sudaro apie 0,005%, naudojamas žaliavų mišinio praskiedimui iki reikalingo suspencijos vandens - kietų medžiagų (V/K) santykio lygaus 10-22. Įvesti mažiau kaip 0,05% ksonotlito dalelių priedą netikslinga, nes padidėja ksonotlito sintezės trukmė, o įvesti daugiau kaip 0,075% neapsimoka, nes tuo atveju jau neužtektų esančių filtrate ksonotlito dalelių.

Pateikta ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų gamybos technologinė shema.

Kalcio hidrosilikatų sintezės komponentai iki 500 - 1000 m^2/kg savitojo paviršiaus sumaltas kvarcinis smėlis ir iš kalkių, kurių aktyvumas ne mažiau kaip 80%, pagamintas kalkių pienas iš (1) ir (2) talpų per (3) ir (4) dozatorių su suduodami taip, kad CaO ir SiO_2 molinis santykis (C/S) būtų lygus 1 ir paduodami į maišyklę (5). Ten pat paduodamas žaliavų mišinio praskiedimui, kad vandens - kietų medžiagų santykis (V/K) suspencijoje sudarytų 10-22, reikalingas vanduo ir filtratas iš rezervuaro (19). Jame talpinamas gaminių formavimo metu iš sintezės produktų hidromasės filtraciniame prese nufiltruotas vanduo.

Permaišytas žaliavų mišinys paduodamas į reaktorių (6), kurio viduje sumontuotas specialus cilindras ir sraigtas (6.1). Žaliavų mišinys reaktoriuje patenka į cilindrą iš viršaus ir sraigto pagalba nukreipiamas 1,69 - 2,69 m/sec greičiu į rekto-

riaus dugną. Sintezės metu, reaktoriuje hidtoterminėse sąlygose, esant sočiųjų garų slėgiui 1,4-1,6 MPa, įvyksta reakcija sistemoje $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ ir susidaro kalcio hidrosilikatas - ksonotlitas.

Reaktorius yra šildomas reaktoriaus apvalkale ir gyvatu (5.2) cirkuliuojančia elektriniais kaitintuvais iki 250°C pašildyta alyva.

Pasibaigus sintezei, hidromasė su susintetintu produktu ksonotlitu ataušinama ir paduodama į tarpinę talpą (7). Ksonotlitas nustatomas rentgenostruktūrinio analizo pagalba.

Aušinimas vykdomas, aušinant reaktoriaus ir jame esančių gyvatukų paviršių, cirkuliuojančiu aušinimo skysčiu, arba aukšto spaudimo siurbliu, paduodant aušinimo agentą betarpiškai į reaktorių.

Susintetintas produktas iš talpos (7) per dozatorių (8) paduodamas į formavimo mišinio maišyklę (9). Ten pat paduodamas per dozatorių (11) lengvas užpildas iš bunkerio (10), ir išplaušintas pluoštinis priedas iš maišyklės (12). Permaišymo pabaigoje (po 10-15 min.) į maišyklę (8) iš maišyklės (13) per dozatorių (14) paduodamas flokuliantas.

Formavimo mišinio paruošimo metu pridedama 10-30% nuo sauso medžiagų kiekio uždaro paviršiaus pūsto perlito. Paprastai dalis pūsto perlito granulių dėl sudraskyto paviršiaus turi padidintą vandens įgėrimą ir, jas panaudojus kaip priedą, suformuotuose gaminiuose yra padidinama liekamoji drėgmė. Todėl siūlomame būde panaudojamos tik vandens paviršiuje plaukiančios, turinčios uždarą paviršių pūsto perlito granulės. Filtravimo procesas jau pagerėja, kai pridedama 10% pūsto perlito. Pridedant daugiau kaip 30% pūsto perlito, blogėja fizinės mechaninės medžiagų savybės.

Filtravimo proceso pagraitinimui į paruoštą formavimo mišinį įvedami flokuliantai 0,1% nuo sausų medžiagų kiekio poliakrilamido, arba 0,05% AF - 1F arba AF - 3.

Formavimo mišinys į filtracinę presą (16) paduodamas per dozatorių (15). Filtraciniame prese vakuumavimo ir presavimo dėka nuvandeninama hidromasė ir suformuojamas gaminys. Nufiltruotas vanduo, turintis savo sudėtyje apie 0,005% ksonotlito dalelių priemaišą, patenka į rezarvuarą (19). Suformuotas gaminys nuėmėjo (17) pagalba uždedamas ant vagonėlio (18), kuris paduodamas į džiovyklą (20). Iš ksonotlito suformuotos termoizoliaci-

nės plokštės išdžiovinamos 150-250°C temperatūroje laike 18-24 val.

Pavyzdžiai pateikti lentelėje. Visuose pavyzdžiuose C/S = 1.

Rezultatai lentelėje						Lentelė		
Pav. Nr.	SiO ₂ žaliavos savitasis paviršius m ² /kg	V/K	Priedo (ksonotlito) kiekis, g nuo sausų medžiagų	Sintezės produktas		Sintezės produktas	Gaminio savybės	
				sočių pa- rų tempera- tūra, °C (1Pa)	izo- ter- minė temperatūra, °C		tan- kis, kg/m ³	stip- ris len- kiant, MPa
1	500	14	0,05	195(1,3)	8	ksonotlitas girolitas	240	0,32
2	720	14	0,05	197(1,4)	5	ksonotlitas	243	0,51
3	720	14	0,05	200(1,5)	4	ksonotlitas	206	0,33
4	720	14	0,05	203(1,6)	4	ksonotlitas	230	0,40
5	1000	22	0,075	203(1,6)	3	ksonotlitas	212	0,30
6	1000	22	0,075	205(1,7)	3	ksonotlitas	220	0,33
7	-	10	-	250(3,3)	4	ksonotlitas	250- -350	0,3
8	-	10	-	200(1,5)	5	ksonotlitas	250- -350	0,3

PASTABA. Kaip SiO₂ komponentė panaudota: 1-6 pav. - kvarcinis smėlis, 7 pav. - FeSi dulkės (Patentas LT 3803) ir 8 pav. - maltos kineskopy šlifavimo atliekos (Patentas LT 3303). Kalkėse aktyvaus CaO kiekis sudarė: 1-6 pav. - 80%; 7-8 pav. - 85%. Ksonotlitas nustatytas pagal rentgenogramose išsiskiriančias stiprias linijas: 7,05; 4,27; 3,65; 3,07; 2,83; 2,71; 1,95Å ir kt.

Kaip matyti iš lentelėje pateiktų pavyzdžių, siūlomame ksonotlitinių termoisoliacinių medžiagų gamybos būde, ksonotlito sintezė pasiekama per trumpesnę laiką (3-5 val.), esant žemesniems parametrams, negu žinomame būde. Todėl sumažėja medžiagų gamybos kaštai. Taip pat medžiagų tankis mažesnis, negu žinomame būde.

Iš sintetinto ksonotlito pagamintų išdžiovintų gaminių tankis 180-250 kg/m³, stipris lenkiant ne mažiau 0,25 MPa, susitraukimas po 24 val. iškaitinto 950°C temperatūroje sudaro ne daugiau 2%.

IŠRADIMO APIBŪDĖJIMAS

Ksonotlitinių termoizoliacinių medžiagų gamybos būdas, susidedantis iš žaliavų paruošimo, jų dozavimo ir mišinio paruošimo, ksonotlito sintezės hidroterminėse sąlygose atlikimo, formavimo mišinio paruošimo, gaminių formavimo ir džiovinimo išsiskiriantis tuo, kad ksonotlito sintezę atlieka 3-5 val. laikotarpyje sočių garų ertmėje 197-203°C temperatūroje, žaliavos mišiniui suteikia 1,62-2,69 m/sek judėjimo greitį ir įveda 0,05-0,075% nuo sausų medžiagų kiekio ksonotlito dalelių su gamybos atlieka - filtratu.