

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»**

ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

(повне найменування інституту, факультету)

КАФЕДРА ХІМІЧНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ КЕРАМІКИ ТА СКЛА

(повна назва кафедри)

«На правах рукопису»
УДК _____

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри

_____ **Б.Ю. Корнілович**
(підпис) (ініціали, прізвище)

« ____ » _____ 2018 р.

Магістерська дисертація

на здобуття ступеня магістра

зі спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія»

**на тему: «Оптимізація процесів пороутворення при виробництві
піноскла»**

Виконав:

студент VI курсу, групи ХМ-61м

Смакал Дмитро Олегович _____

Керівник:

професор, к.т.н., доцент,

Племянніков Микола Миколайович _____

Рецензент:

к.т.н., доцент

Глуховський І.В. _____

Засвідчую, що у цій магістерській
дисертації немає запозичень з праць інших
авторів без відповідних посилань.

Студент _____

Київ – 2018 року

Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»

ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

(повне факультету)

КАФЕДРА ХІМІЧНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ КЕРАМІКИ ТА СКЛА

(повна назва кафедри)

Рівень вищої освіти – другий (магістерський) за освітньо-науковою програмою

Спеціальність – 161 «Хімічні технології та інженерія»

Спеціалізація – «Хімічні технології кераміки і скла»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

_____ Б.Ю. Корнілович
(підпис) (ініціали, прізвище)

« ___ » _____ 2018 р.

ЗАВДАННЯ

на магістерську дисертацію студенту

Смакалу Дмитру Олеговичу

1. Тема дисертації «**Оптимізація процесів пороутворення при виробництві піноскла**», науковий керівник дисертації Плем'янніков Микола Миколайович професор, к.т.н., доцент, затверджені наказом по університету від «23» квітня 2018 р. № 1208-с
2. Термін подання студентом дисертації 10.05.2018 р.
3. Об'єкт дослідження
Теплоізоляційне піноскло
4. Предмет дослідження
Кінетика поризації. Теплові ефекти впродовж спінювання. Волюмометрія процесу спучення піноскла. Пористість загальна, відкрита та закрита. Об'ємна маса. Водопоглинання. Структура пор.
5. Перелік завдань, які потрібно розробити
Хімізм перебігу процесів спінювання піноскла. Методи дослідження об'ємної маси піноскла, пористості, водопоглинання.
6. Орієнтовний перелік графічного (ілюстративного) матеріалу

ДТА газоутворювачів та шихт піноскла

Результати термогравіметричного аналізу. Градієнтне дослідження кінетики спучування піноскла. Динаміка спінювання. Кінетика спінювання скла і утворення пористої структури.

Залежність об'ємної маси, водопоглинання, пористості, міцності на згин, ударної в'язкості піноскла від температури і часу витримки

Залежність структури пор піноскла від температури й тривалості витримки

Оптимізація параметрів термообробки піноскла. Функціональні добавки. Вплив добавок на поризацію. Оптимальні добавки

7. Орієнтовний перелік публікацій

Термоволюмометрія процесу утворення піноскла

Підвищення ефективності поризації піноскла

9. Дата видачі завдання 01.09.2017 р.

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання магістерської дисертації	Термін виконання етапів магістерської дисертації	Примітка
1	Бібліографічний і патентний пошук за темою дисертації	01.09.2017 - 30.09.2017	
2	Аналіз існуючих методів виготовлення піноскла. Складання плану теоретичних і експериментальних досліджень	01.10.2017 - 15.10.2017	
3	ДТА газоутворювачів та шихт піноскла	16.10.2017 - 30.11.2017	
4	Градієнтне дослідження кінетики спучування піноскла. Динаміка спінювання. Кінетика спінювання скла і утворення пористої структури.	01.12.2017 - 31.12.2017	
5	Залежність об'ємної маси, водопоглинання, пористості, міцності на згин, ударної в'язкості піноскла від температури і часу витримки	01.01.2018 – 28.02.2018	
6	Залежність структури пор піноскла від температури й тривалості витримки	01.03.2018 – 31.03.2018	
7	Оптимізація параметрів термообробки піноскла. Функціональні добавки. Вплив добавок на поризацію.	01.04.2018 – 15.04.2018	
8	Обробка результатів експериментів	16.04.2018 – 30.04.2018	
9	Написання дисертації, оформлення ілюстративного матеріалу	01.05.2018 – 10.05.2018	

Студент

Науковий керівник дисертації

_____ Д.О. Смакал
(підпис) (ініціали, прізвище)

_____ М.М. Племянніков
(підпис) (ініціали, прізвище)

РЕФЕРАТ

Об'єм - 100 стор., рис. - 44, табл. - 17, посилань - 28 найменувань

Актуальність теми. Піноскло – ефективний теплоізоляційний конструкційний матеріал. Його використання сприяє енергозбереженню.

Зв'язок з науковими програмами. Робота за ініціативною тематикою кафедри

Мета і задачі дослідження. Дослідження фізико-хімічних процесів, що відбуваються в сировинній суміші при термічній обробці, і кінетики її спінювання.

Об'єкт дослідження Піноскло на всіх етапах свого перетворення від початкової сировинної суміші до кінцевого продукту.

Предмет дослідження Вивчення впливу різноманітних хімічних домішок на процес спінювання.

Методи дослідження. Диференційний термічний аналіз, термогравітаційний аналіз, дилатометрія, волюмометрія, порометрія; вивчення водопоглинання, механічних властивостей.

Наукова новизна. Знайдені хімічні речовини, які у вигляді домішок сприяють процесу спінювання.

Практичне значення Надані практичні рекомендації щодо температурного режиму виготовлення піноскла

Апробація результатів Оптимізація технологічних параметрів виготовлення піноскла

Публікації.

Термоволюмометрія процесу утворення піноскла. Тези доповіді. VIII Міжнародна науково-технічна конференція «Хімія та сучасні технології». 26-28.04.2017. Дніпро.

Підвищення ефективності поризації піноскла. Тези доповіді. VII Міжнародна конференція студентів, аспірантів та молодих вчених з хімії та хімічної технології. 11-13.04.2018. Київ

ПІНОСКЛО, СПІНЕННЯ, СТРУКТУРА КОМІРКОВА, МАСООБМІН,
МОДЕЛЮВАННЯ ФІЗИЧНЕ

SUMMARY

Volume 100 pages, Fig. 44, tab. 17, references 28 titles

Actuality of theme. Foam glass is an effective heat-insulating structural material. Its use helps to save energy.

Contact with scientific programs. Work on the initiative topics of the department

The purpose and tasks of the study. Investigation of physico-chemical processes occurring in the raw mixture during heat treatment, and the kinetics of its foaming.

Object of research Foam glass at all stages of its transformation from the initial raw material mixture to the final product.

Subject of research The study of the influence of various chemical impurities on the process of foaming.

Research methods. Differential thermal analysis, thermogravimetric analysis, dilatometry, volumetry, porosimetry; study of water absorption, mechanical properties.

Scientific novelty. Found chemical substances, which in the form of impurities contribute to the process of foaming.

Practical value Provided practical recommendations for the temperature regime of the production of foam glass

Approbation of results Optimization of technological parameters of manufacturing of foam glass

Publications

The thermo-volumetry of the process of the formation of foam glass. Abstracts of the report. VIII International Scientific and Technical Conference "Chemistry and Modern Technologies". 26-28.04.2017. Dnieper

Increase the effectiveness of foam glass. Abstracts of the report. VII International Conference of students, graduate students and young scientists in chemistry and chemical technology. 11-13/04/2018. Kiev

FOAM GLASS, FOAMING, CELLULAR STRUCTURE, MASS TRANSFER, PHYSICAL MODELING

ЗМІСТ

ВСТУП	8
1 ТЕОРІЯ І ПРАКТИКА ОДЕРЖАННЯ І ВИКОРИСТАННЯ ПІНОСКЛА ..	10
1.1 Аналітичний огляд літератури.....	10
1.1.1 Фізико-хімічні властивості й будова піноскла	10
1.1.2. Одержання піноскла	14
1.1.3. Процеси пороутворення й хімічний склад сткломас	16
2 ФІЗИКО-ХІМІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	25
2.1 Диференціальний термічний аналіз	25
2.2 Термогравіметричний аналіз	27
2.3 Термоградієнтний аналіз.....	29
2.4 Волюмометрія.....	33
2.4. 1 Постановка експерименту.....	33
2.4. 2 Результати й обговорення досліджень	34
2.5. Хімізм газоутворення	37
2.6. Дослідження на модельних зразках	41
2.6.1 Методологія проведення експерименту	41
2.6.2 Визначення режиму спінювання модельних зразків	42
3 ТЕХНІКА Й МЕТОДИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ.....	44
3.1. Методика виготовлення дослідних зразків	44
3.2. Визначення режиму спінювання модельних зразків.....	44
3.3. Ударна в'язкість.....	46
3.4. Міцність на згин.....	47
3.5. Водопоглинання	47
3.6. Пористість, об'ємна маса.....	50
4 ОПТИМІЗАЦІЯ РЕЖИМУ ВИПАЛУ ПІНОСКЛА ПО ПОКАЗНИКАХ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ	52
4.1. Визначення об'ємної маси піноскла	52
4.2. Взаємодія піноскла з водою	60
4.2.1. Водопоглинення.....	60
4.2.2. Ефективна товщина плівки	64

	7
4.3. Пористість.....	66
4.4. Ударна в'язкість.....	70
4.5. Міцність на згин.....	73
4.6. Структура пор піноскла.....	77
5 ВПЛИВ ХІМІЧНИХ ДОБАВОК НА КІНЕТИКУ СПІНЮВАННЯ	82
5.1 Схема проведення експерименту	82
5.2 Інноваційний менеджмент	93
ВИСНОВКИ.....	96
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ.....	98

ВСТУП

Піносклом називається ізоляційно-монтажний і ізоляційно-будівельний матеріал, одержуваний спіканням суміші скляного порошку з газоутворювачами. Від звичайних теплоізоляційних матеріалів піноскло відрізняється високою механічною міцністю, волого-, паро- і газонепроникністю, негорючістю, морозостійкістю й довговічністю. Незважаючи на більшу міцність, воно легко піддається механічній обробці: піноскло можна пиляти, свердлити, обточувати, вбивати в нього цвяхи.

Високі фізико-хімічні властивості піноскла визначають широке використання його в ряді галузей народного господарства, а також у житловому й промисловому будівництві, зокрема при зведенні висотних будинків.

Піноскло дозволяє зменшити витрати на теплоізоляцію, збільшити корисний об'єм приміщення, знизити навантаження на фундамент і несучі конструкції, підвищити безпеку житла, а значить, і попит на нього.

Піноскло є екологічно чистим матеріалом, воно не виділяє ніяких шкідливих речовин, навіть при нагріванні, що не скажеш про інші утеплювачі. Застосування піноскла дозволяє відмовитися від екологічно небезпечних теплоізоляційних матеріалів, наприклад, азбесту, або екологічно шкідливого і пожежонебезпечного пінопласту.

Промисловому освоєнню виробництва піноскла передували тривалі дослідження, які проводилися в МХТІ й інших організаціях. Ці дослідження мали на меті визначити основні закономірності процесу пороутворення при спіканні порошків піностекельних шихт - спочатку сумішей з порошків листового скла й газоутворювачів (вугілля, вапняку), а потім різних по складу скломас і газоутворювачів.

Виробництво піноскла ніколи не відносилось до високих технологій, тому при підборі сполук, режимів термообробки завжди панував емпіричний

підхід. А це, на жаль, не гарантує оптимальність технологічних параметрів, які потім реалізуються на практиці.

На мою думку, таких недоліків буде позбавлений підхід, заснований на математичному моделюванні, якому й присвячена дана робота

1 ТЕОРІЯ І ПРАКТИКА ОДЕРЖАННЯ І ВИКОРИСТАННЯ ПІНОСКЛА

1.1 Аналітичний огляд літератури

1.1.1 Фізико-хімічні властивості й будова піноскла

Піноскло є грубо дисперсною системою, газоподібна дисперсна фаза якої розподілена в меншому за об'ємом дисперсійному середовищу — скломасі. Газова фаза в піносклі займає 80-95%, а склоподібна — відповідно 20-5% об'єму [1]. Залежно від хімічного складу застосовуваних газоутворювачів у газовій фазі піноскла можуть утримуватися: вуглекислий газ, окис вуглецю, сірчистий газ, сірководень, пари води, кисень, азот. Хімічний склад склоподібної фази практично той же, що й вихідного скляного порошку [2].

Залежно від технологічного режиму обробки шихти піноскло може мати замкнуті несполучені (рис.1), що повідомляються або частково сполучені пори (рис.2). Видимі неозброєним оком макропори мають приблизно однакові розміри [3-5]. Однак стінки, що розділяють пори, у свою чергу містять велику кількість мікропор, помітних лише при великому збільшенні (рис.3).

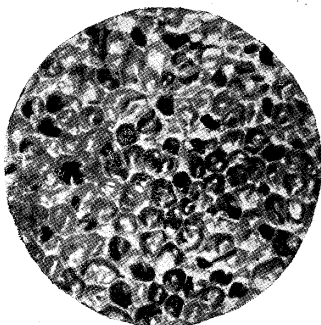


Рис.1. Замкнуті пори

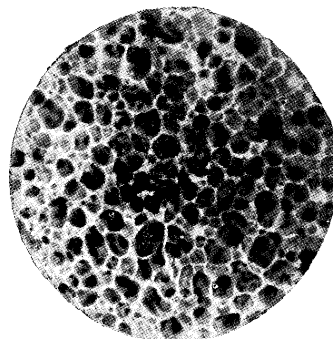


Рис.2. Сполучені пори

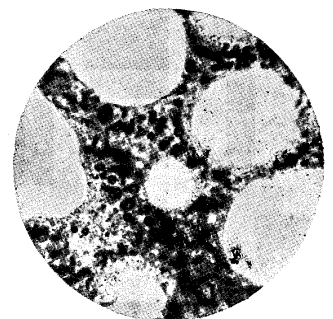


Рис.3. Будова стінок пор піноскла

Розміри й кількість пор. Рівномірна дрібнопориста структура піноскла обумовлює його порівняно високу механічну міцність і, що особливо важливо, малу теплопровідність, тому що передача тепла конвекцією стає менш інтенсивною зі зниженням діаметра пор ізоляційного матеріалу. Піноскло, виготовлене у виробничих умовах, звичайно має пори діаметром від 0,1 до 3-5 мм. Може бути отримане скло з порами діаметром від 1 до 5 мікронів.

Піноскло можна визначити як систему, в одиниці об'єму якої переважає газова фаза. Із цього погляду піносклом варто називати пористу скломасу із уявною пористістю більше 50%, Піноскло, вироблюване на виробництві, має уявну пористість, рівну 85- 90% [3].

Механічна міцність. На відміну від інших теплоізоляційних матеріалів, піноскло при малому коефіцієнті теплопровідності має високу, механічну міцність. Межа міцності при стиску коливається від 0,8 до 15 МПа й залежить головним чином від об'ємної маси піноскла (рис. 4); при об'ємній масі 0,25—0,40 г/см³ межа міцності при стиску становить 2,8- 5,8 МПа.

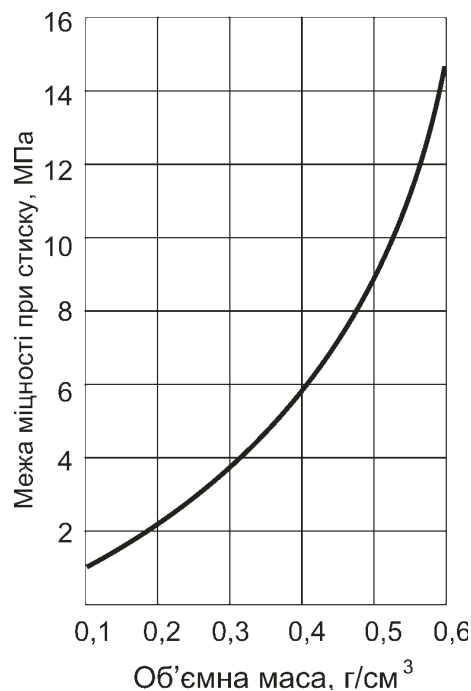


Рис. 4. Залежність межі міцності на стиск від об'ємної маси піноскла

Водопоглинення піноскла залежить тільки від характеру його пор і тим суттєвіше, чим більше в ньому сполучених пор. Водопоглинення піноскла із замкнутими порами становить 6-9% по об'єму, тому що волога адсорбується тільки поверхнею зразка [4].

На рис. 5 наведені результати тривалих визначень водопоглинення піноскла. По досягненні граничного значення водопоглинення зразків залишається незмінним, незважаючи на подальше перебування їх у воді.

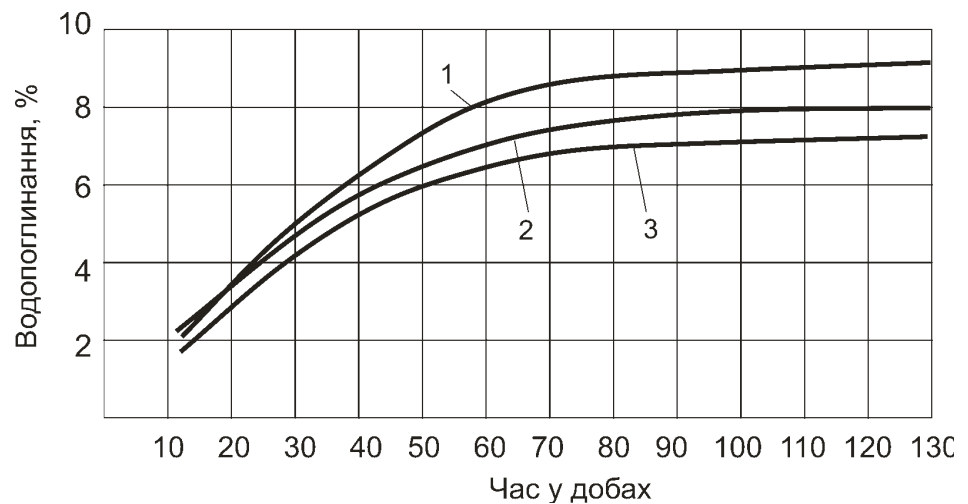


Рис. 5. Водопоглинення піноскла

- 1 – об'ємна маса 0,311 г/см³;
- 2 – об'ємна маса 0,385 г/см³;
- 3 – об'ємна маса 0,450 г/см³;

Звукопоглинання. Коефіцієнт звукопоглинання піноскла зі сполученими порами значно вище, ніж в акустичної штукатурки, причому він не змінюється в широкому діапазоні частот - від 250 до 4000 герців (рис.6).



Рис. 6. Коефіцієнт звукопоглинання піноскла

Морозостійкість. Піноскло, будучи матеріалом негігроскопічним і механічно міцним, з успіхом протистоїть поперемінному заморожуванню й відтаванню. Водонасичені зразки витримують п'ятдесят циклів поперемінного заморожування при -30°C і відтавання при $15-20^{\circ}$. Міцність зразків, що пройшли п'ятдесят циклів заморожування, знизиться на 20-25%. У табл. 1 наведені дані, що характеризують властивості піноскла в порівнянні із властивостями інших теплоізоляційних матеріалів [6].

Таблиця 1. Основні властивості теплоізоляційних матеріалів

Найменування матеріалів	Об'ємна маса, $\text{кг}/\text{м}^3$	Межа міцності при стиску, МПа	Водопоглинення, % по об'єму
Піноскло	100	0,8	6-9*
	200	2,0	-"
	300	3,5	-"
	400	6,0	-"
	500	9,0	-"
	600	15,0	-"
Пінобетон неавтоклавний	400	0,4	18
	500	0,6	20
	600	0,8	22
Пінобетон автоклавний, піносилікат, піномагnezит	400	0, 8-1,8	20-22
	500	1, 0-2,0	22-25
	600	1, 2-2,2	25-30
Випалювальні трепельні (діатомові) вироби	550-650	0, 5-0,8	-
Плити з мінеральної вати на органічній зв'язці	350	0,15**	-
Азбестоцементні плити	300-400	0,40**	-
Торфоплити	200-300	0, 15-0,25	-

* Водопоглинення відбувається тільки за рахунок поверхневих відкритих пор.

** Межа міцності при вигині.

Як видно з таблиці, піноскло вигідно відрізняється від інших твердих теплоізоляційних матеріалів, тому що має малу об'ємну масу, низький коефіцієнт теплопровідності, високу механічну міцність і дуже невелике водопоглинення.

1.1.2. Одержання піноскла

Головне завдання процесу виготовлення піноскла полягає в одержанні матеріалу, рівномірно пронизаного порами однакового діаметра.

Основним способом виробництва піноскла, що забезпечує одержання рівномірної заданої структури, варто вважати так званий порошковий спосіб .

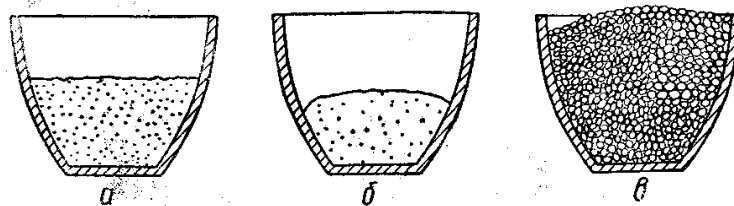


Рис.7. Схема процесу пороутворення: а-тигель з піностекольною шихтою; б-початок спікання маси; в-утворення пір піноскла.

По цьому способі шихта складається з 95-99 частин скляного порошку й 5-1 частин газоутворювача [7, 8]. У якості останнього застосовують речовини, що розкладаються при нагріванні суміші з виділенням газової фази. Як правило, температура розкладання газоутворювача повинна бути на 150-200°C вище температури розм'якшення скла. Ретельно перемішану шихту насипають у тиглі (рис. 7а), які поміщають у піч спікання. При нагріванні маса трохи зменшується в об'ємі, поверхня шихти прагне прийняти сферичну форму (рис.7б). У цей період в'язкість скломаси досить велика, сама ж скломаса містить окремі зерна газоутворювача - осередки майбутніх пор піноскла [8].

При подальшому нагріванні маси починається розкладання газоутворювача. Гази, що виділяються, утворюють у скломасі пори, діаметр яких

поступово зростає, що й приводить до значного збільшення об'єму скломаси (рис. 7в). По досягненні масою певного об'єму температуру в печі знижують, щоб припинити процес розкладання газоутворювача, а також закріпити об'єм отриманого зразка [3, 6].

Порошковий спосіб дає можливість одержувати піноскло з різною структурою й властивостями залежно від зернової складу порошоків, виду й кількості газоутворювача, температури й тривалості процесу спікання.

Для виготовлення піноскла застосовують дрібнозернистий порошок. Чим менше розмір зерен матеріалу, що спікається, тим рівномірній структура піноскла. Дрібнозернистий порошок дозволяє одержувати матеріал з малою об'ємною вагою, низьким коефіцієнтом теплопровідності й великою механічною міцністю [7, 8]. Практично застосовують порошок, тонкість помелу якого визначається повним проходженням крізь сита з 2500—6400 отв/см².

Підвищення до відомої межі вмісту газоутворювача в шихті, а отже, збільшення газової фази при нагріванні матеріалу, приводить до зменшення об'ємної маси піноскла. Однак при цьому, як правило, підвищується діаметр пор [11].

При введенні газоутворювача в кількості більше 3-5% утворюється піноскло з нерівномірною крупнопористою структурою через високі тиски, що розвиваються газовою фазою при нагріванні.

Піностікольну масу спікають найчастіше при температурі 750—850° С. Чим вище температура спікання, тим менше об'ємна вага матеріалу [12]. Об'ємна вага піноскла змінюється також залежно від тривалості процесу (при одній і тій же температурі): чим довше процес (чим у більшій мері розклався газоутворювач), тим менше об'ємна вага піноскла [13].

Таким чином, при порошковому методі виготовлення піноскла можна в досить широких межах регулювати процес пороутворення в масі, що спікається.

1.1.3. Процеси пороутворення й хімічний склад скломас

Одержання піноскла з відходів виробництва листового скла

Як основна сировина застосовувався порошок скла складу (в %): SiO_2 —72,9; Al_2O_3 —1,57; Fe_2O_3 —0,29; CaO —8,79; MgO —2,20; Na_2O —15,15; газоутворювачами були вапняк і кокс [4, 19].

Була прийнята наступна методика дослідження. Скляний бій розмелювався в порцеляновому кульовому млині, і отриманий порошок просівався крізь сито з 2500 отв/см². У деяких випадках були взяті порошки більше тонких фракцій; газоутворювач подрібнювався до тієї ж тонкості помелу [14].

Ретельно перемішана шихта (99 частин скляного порошку й 1 частина газоутворювача) насипалася в порцелянові тиглі (при лабораторних досвідах) або ж металеві форми (при роботі на напівзаводській установці). По закінченні спікання, відпалу й охолодження піноскла витягали з печі й розпилювали на зразки заданих розмірів [15].

У лабораторні тиглі завантажувалося 20—30 г шихти, а в металеві форми — від 3—4 до 10—12 кг шихти залежно від розміру блоків (від 250×250×125 до 500×500×200 мм).

Тиглі або форми із шихтою містилися в піч спікання й витримувались у ній заданий час при максимальній температурі спікання [9].

Лабораторні зразки спікали в електропечі з нагрівачем з ніхромового дроту, а промислові зразки — у спеціально побудованій муфельній печі (рис. 8). У муфельному просторі печі маса, що спікалась, нагрівалася рівномірно. Виміри температур у муфелі на трьох горизонтах у п'яти точках кожного горизонту показали, що перепад температур по вертикалі становив 2—3°C и по горизонталі 2—5°C [6, 16].

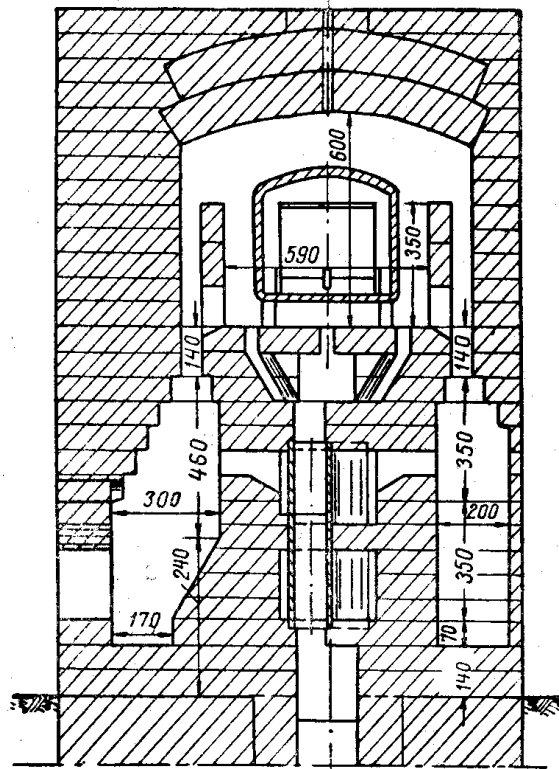


Рис. 8 Муфельна піч для спікання піноскла

По закінченні спікання піч різко прохолоджувалася до температури відпалу, вироби відпалювались і потім повільно прохолоджувались. При лабораторних досвідах відпал і охолодження виробів робили, не витягаючи піноскла з тиглів. При виготовленні виробничих зразків на напівзаводській установці блоки спікання витягали з форм, а потім відпалювали. Режим відпалу й охолодження промислових зразків піноскла встановлювався на підставі розрахунку [17].

Для запобігання прилипання скломаси до стінок тигля в процесі спікання тиглі й форми перед завантаженням шихти покривали зсередини крейдовою пастою й висушували [18].

Вивчення газової фази й твердого залишку в порах піноскла

Аналіз газової фази замкнених пор провадився методом, що одержав широке поширення при дослідженні газових включень у склі. Пору піноскла проколювали під покривним склом у гліцерині. Об'єм газового пухирця, що виділяється, підраховувався по діаметру, обмірюваному під мікроскопом за

допомогою окуляра-мікрометра. Потім пухирець послідовно оброблявся поглиначами й замірявся. Визначався вміст у порах H_2S , SO_2 , O_2 , CO_2 .

Утримання твердого залишку CaO в порах зразків піноскла, для виготовлення яких у якості газоутворювача був використаний вапняк, визначалося за гліцератним методом, застосовуванім для визначення вільного окису кальцію в цементі [19].

Вивчення умов одержання піноскла з різною об'ємною масою

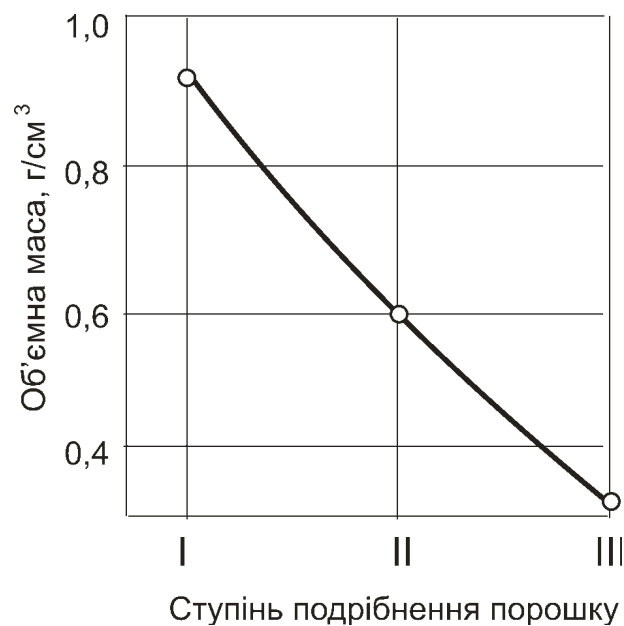


Рис. 9. Зміна об'ємної маси піноскла в залежності від зернового складу скляного порошку

Дослідження зміни об'ємної ваги залежно від розміру зерен скляного порошку й газоутворювача (мармуру) здійснювалося за наступною методикою. При температурі розм'якшення досліджуваного скла ($600\text{—}650^\circ\text{C}$) і температурі початку практично помітної дисоціації мармуру, рівної приблизно 750°C , для всіх досвідів був прийнятий наступний режим спікання: температура— 750°C , тривалість — 20 хв. Спіканню піддавалися порошки з різною тонкістю помелу: у першій серії досвідів-порошок, що пройшов крізь сито $576\text{—}2500$ отв/см², у другий — крізь сито $2500\text{—}10000$ отв/см² і в третьої

— крізь сито з 10000 отв/см². Тонкість помелу мармуру була така же, як і скла. Зразки спікалися в лабораторних тиглях [20, 21]. Результати досвідів наведені на рис. 9.

Як видно з рисунка, чим менше розмір часток скляного порошку, тим, за інших рівних умов, менше об'ємна вага одержуваного піноскла.

Кілька досвідів було зроблено з газоутворювачем, змолотим більш тонко, ніж скло. Порошок скла пропускався через сито 2500 отв/см², а порошок мармуру — через сито 10 000 отв/см². Спікання робили при 750°С у перебіг 20 хвилин. Середня об'ємна вага зразків складала 0,539 г/см³. При однаковій тонкості помелу скла й мармуру об'ємна вага піноскла дорівнював 0,596 г/см³. Зменшення товщини помелу газоутворювача привело до зменшення об'ємної ваги піноскла всього на 10% [21].

З метою вивчення зміни об'ємної ваги піноскла залежно від температури й тривалості спікання шихта спікалася при 750, 775, 800, 825° С протягом 10—30 хвилин. Результати досвідів наведені в табл. 2 і на рис. 10, 11.

Таблиця 2. Характеристика зразків піноскла

Температура спікання, °С	Термін спікання, хв.	Зовнішній вигляд зразка	Діаметр пор, мм	Об'ємна маса, г/см ³
750	10	Щільна каменеподібна маса із невидимими незброєним оком порами	-	1,42
750	20	Рівномірна структура	0,5-0,6	0,596
750	30	"-"	0,7-0,8	0,446
775	10	"-"	0,25-0,1	0,585
775	20	"-"	0,65-0,7	0,417
775	30	"-"	0,75-1,05	0,389
800	10	Рівномірна структура, але в зразку зустрічаються окремі порожнечі	0,60-1,15	0,300
800	20 і 30	У масі піноскла попадаються великі нерівномірно-розподілені міхури	-	-
825	10	Нерівномірна структура з різко різними порами	-	-

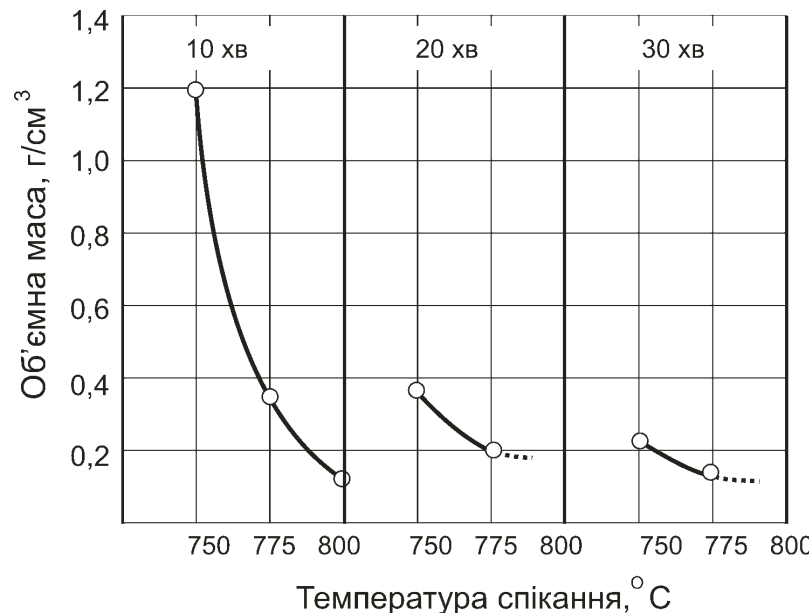


Рис.10. Зміна об'ємної маси піноскла в залежності від температури спікання скляного порошку

При 800°C було отримане піноскло, що має рівномірну структуру з порами середньої величини (0,6—0,15 мм); крім того, у зразку можна було виявити трохи більших пор діаметром приблизно 3—5 мм. При 825°C отриманий зразок з різко різними по діаметру порами.

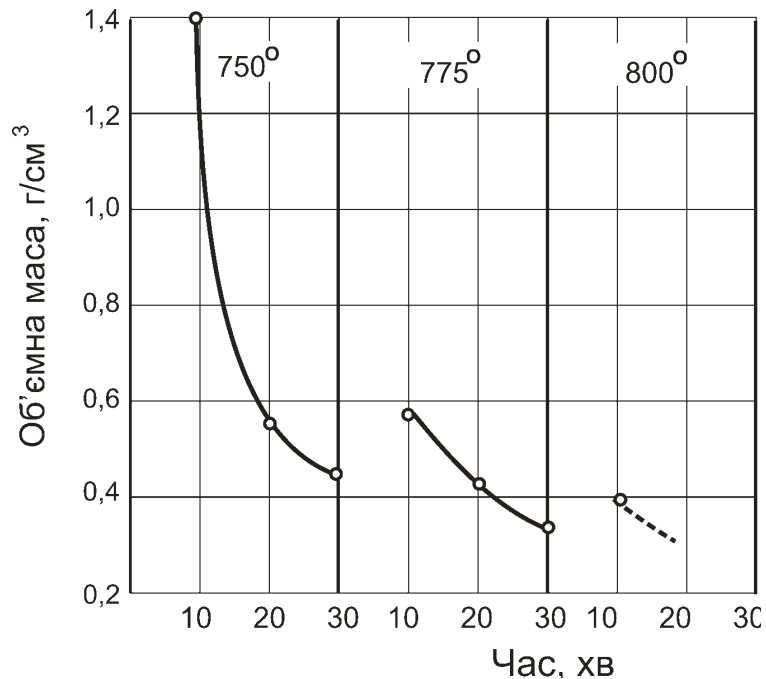


Рис.11. Зміна об'ємної маси піноскла в залежності від терміну спікання скляного порошку

Зразки, виготовлені при 750°C і 10-хвилинній витримці, не спучилися й у зламі являли собою щільну масу з порами, видимими тільки при значному збільшенні.

При 750°C і 20-хвилинній витримці був отриманий матеріал з дрібнопористою рівномірною структурою.

У випадку застосування порошку листового скла й вапняку (газоутворювача) кращі результати були отримані при температурі спікання 750—800°C; в'язкість скломаси в цьому температурному інтервалі становить приблизно $4 \cdot 10^8$ пуаз, пружність дисоціації CaCO_3 дорівнює 8—18 см рт. ст.

З підвищенням температури спікання зменшується об'ємна вага зразків; різниця в об'ємній вазі зразків, що спеклися при різних температурах, тим менше, чим довше процес спікання [22]. Отже, збільшуючи тривалість спікання при відносно низьких температурах, можна одержати в деяких випадках ті ж результати, що й при короткочасному спіканні, але більш високих температурах.

При порівнянні даних рис. 12 видно, що близький за значенням об'ємна вага (0,3- 0,4 г/см³) мають зразки, виготовлені при температурі спікання 800°C і 10 хв. витримки; 775° і 20 хв. витримки; 750° і 30 хв. витримки.

Таким чином, було встановлено, що в інтервалі температур 800—750°C можна одержати піноскло приблизно того самого об'ємної ваги, зменшивши температуру спікання на 25°C і одночасно збільшивши тривалість спікання в 1,5—2 рази.

В отриманих зразків була вивчена газова фаза пор. Аналіз показав різний вміст газів у порах (табл. 3). Вміст CO₂ коливалося в досить широких межах від 0 до 30% [23].

У порах деяких зразків зовсім не втримується CO₂, а вміст O₂ майже таке ж, як у повітрі. Очевидне роздування пори в цьому випадку відбулося за рахунок повітря, що втримувалося в шихті.

Таблиця 3. Склад газової фази пор піноскла

Номер зразка	Вміст у порах, % по об'єму				Номер зразка	Вміст у порах, % по об'єму			
	H ₂ S	SO ₂	CO ₂	O ₂		H ₂ S	SO ₂	CO ₂	O ₂
1	0	0	30,5	6,5	12	0	0	12,0	8,9
2	0	0	30,2	8,1	13	0	0	10,5	16,7
3	0	0	30,1	7,3	14	0	0	10,3	12,5
4	0	0	29,6	9,5	15	0	0	8,3	15,6
5	0	0	28,5	9,3	16	0	0	4,1	15,3
6	0	0	28,3	8,6	17	0	0	4,1	15,0
7	0	0	27,3	8,1	18	0	0	3,9	16,3
8	0	0	27,1	5,6	19	0	0	2,8	7,6
9	0	0	24,2	9,2	20	0	0	0	20,1
10	0	0	13,6	15,8	21	0	0	0	19,7

11	0	0	13,4	14,5	22	0	0	0	21,2
----	---	---	------	------	----	---	---	---	------

При визначенні твердого залишку газоутворювача (окису кальцію) у порах піноскла було встановлено, що вміст окису кальцію в порах становило 0,035; 0,095 і 0,096%.

При повному розкладанні газоутворювача (щільний вапняк, що містить 52% CaO) на 1% матеріалу, що розклався, повинне було вийти 0,52% CaO.

Отримані ж результати можуть бути пояснені неповнотою розкладання вапняку, а також, мабуть, хімічною взаємодією окису кальцію зі скломасою у процесі спікання.

Наведені розрахунки дають можливість уявити собі, як протікають процеси спікання, відпалу й охолодження піноскла [24-26].

Після внесення шихти в пічний простір і встановлення в ньому потрібної температури (750—800°C) поверхня шихти нагрівається до цієї температури за 6—7 хв. Через 15 хв. після нагрівання поверхні до температури пічного простору ядро маси, що спікається, прогрівається до 800°C. Тривалість витримання блоків при верхній температурі відпалу (600°C), залежно від температури спікання, становить 2—3 години. Охолодження блоків товщиною 0,12 м триває 15 годин. Приймавши тривалість витримки маси при температурі спікання рівною 2 годинам, одержимо, що тривалість процесу спікання, відпалу й охолодження блоків дорівнює 20 годин 22 хв.

Спікання шихти починається не відразу після завантаження форми із шихтою в піч. Після внесення холодної форми в піч температура пічного простору знижується, і тільки по закінченні деякого часу в печі встановлюється задана температура спікання. У цей період відбувається підсушування шихти й виділення повітряних включень; цей процес триває доти, поки на поверхні шихти не утвориться спечена кірка. Оплавлення поверхні може наступити при 600—650°C [26]. Розрахунок процесу нагрівання шихти показав, що після встановлення в печі заданої температури 800°C, температура поверхні шихти досягає 600° після закінчення небагато більше 3 хв. Ядро шихти нагрівається до 800°C через 22 хв. після того, як у

печі встановиться задана температура спікання. Маса повинна бути витримана при цій температурі певний час (1-2 години) для завершення процесів пороутворення. При цьому варто враховувати, що пороутворення протікає не при якійсь певній температурі, а в деякому температурному інтервалі [27].

Розберемо випадок 30-хвилинного спікання при 800°C шару шихти товщиною 0,12 м з того моменту, коли поверхня його нагрілася до 800°C . Відповідно до розрахунку, процес спікання протікає в такий спосіб: через 9 хв. у ядрі шару починається процес пороутворення, а через 15 хв. температура досягає 800°C . Вона зберігається в ядрі протягом 30 хв., хоча температура поверхні після закінчення заданих 30 хв. знижується до 600°C . Однак, як показує розрахунок, при сталій температурі поверхні 600°C температура ядра шару починає змінюватися тільки через 15 хв. Після закінчення наступних 21 хв. температура ядра становить 747°C . При цій температурі процес пороутворення протікає досить інтенсивно. Після закінчення ще 24 хвилин температура ядра шару досягає 696°C . Отже, при заданому режимі спікання (температура в пічному просторі й на поверхні шару 800°C , тривалість витримки 30 хв.) процес пороутворення займає 51 хвилину.

Цю обставину варто враховувати при встановленні верхньої температури відпалу промислових зразків піноскла. При сталій температурі відпалу у внутрішніх шарах виробу якийсь час ще триває пороутворення й, отже, збільшення об'єму маси, що спікається. Тому верхня температура відпалу піноскла повинна бути трохи більше температури границі крихкого стану. Для порошоків листового скла вона була прийнята рівною 600°C [28].

За розробленим режимом на напівзаводській установці виготовляли блоки розміром $250 \times 250 \times 125$ і $500 \times 500 \times 125$ мм; газоутворювачем слугував мармур.

На підставі експериментальних даних у температурний режим спікання, відпалу й охолодження блоків були внесені деякі корегування.

2 ФІЗИКО-ХІМІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ

2.1 Диференціальний термічний аналіз

У роботі використовувалися газоутворювачі, що містять вуглець: антрацит і кокс. Такі газоутворювачі використовуються при одержанні теплоізоляційного (із закритими порами) піноскла. Процес окислювання вуглецю при термообробці вихідної шихти піноскла призводить до утворення газоподібного двоокису вуглецю (CO_2), а, можливо, і окису вуглецю (CO), які спінують термопластичну скломасу, що призводить до одержання пінистої (коміркової) структури.

Залишаючи поки відкритим питання про природу кисню, що йде на окислювання вуглецю (це може бути кисень із зовнішньої атмосфери або із сітки самого скла), можна з упевненістю стверджувати, що такий процес є екзотермічним.

Для визначення температурних інтервалів протікання цих процесів був проведений диференціальний термічний аналіз, результати якого наведені на рис. 2.1.

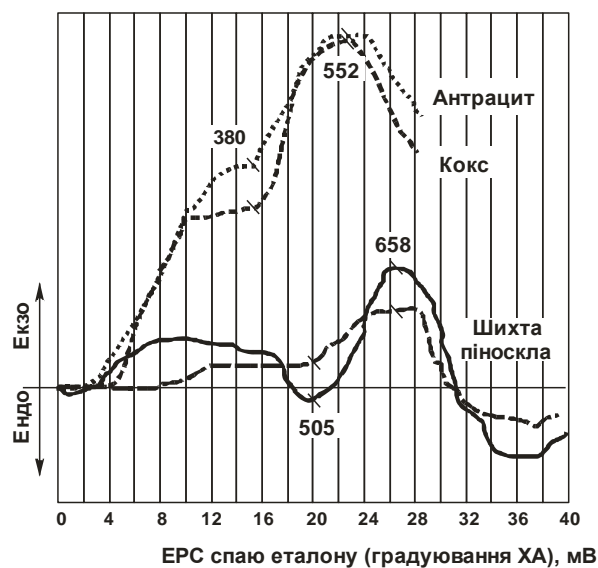


Рис. 2.1 - Диференціальний термічний аналіз газотворювачів та шихт піноскла

На рисунку наведені термограми "чистих" газотворювачів: антрациту і коксу. Їх диференціальні термічні криві показують ідентичний перебіг. Невдовзі після початку нагрівання криві відхиляються у бік екзоефекту. Це, вочевидь, пов'язано з тим, що вуглець має значно більш високе значення коефіцієнта теплопровідності, ніж еталон (оксид алюмінію).

Власне екзоефект окислювання вуглецю в обох випадках починається практично при однаковій температурі 380°C . Свого максимуму він досягає при температурі 552°C .

Ідентичний перебіг кривих свідчить про можливість застосування як одного, так і іншого газотворювача. З двох альтернатив перевага може бути віддана антрациту, як більш дешевому і доступному.

Після цього вибору газотворювача, подальші дослідження проводилися вже з реальними шихтами, у які добавлявся саме антрацит. На тому ж рис. 2.1. наведені криві для двох ідентичних дослідів.

Як і можна було припустити, екзоефект починається при більш високих температурах, порядку 505°C , і досягає максимуму при 658°C .

Таким чином, теоретично, вигорання вуглецю може початися задовго до нагрівання скла до пластичного стану. У поверхневих прошарках шихти може відбуватися передчасна втрата газотворювача. І це дійсно підтверджується подальшими експериментами при одержанні лабораторних зразків. Зовнішні прошарки піноскла мають істотно більш світлий відтінок. Але навіть і при 505°C шихта може мати залишкову відкриту пористість, і процес вигорання ще може продовжуватися.

Результати ДТА дозволяють стверджувати про те, що ймовірність непродуктивних втрат газотворювача достатньо велика. Для їхнього попередження треба здійснювати як можна більш швидкий нагрів до досягнення склом пластичного стану, а також створенням відновних умов при термообробці.

2.2 Термогравіметричний аналіз

Дослідження теплових ефектів при аналізі фізико-хімічних перетворень завжди вдало доповнюються вивченням зміни маси речовини при нагріванні.

У роботі дослідження проводилися по такій схемі.

Порцелянові тиглі, попередньо прожарені, старанно зважувалися. Після цього вони заповнювалися деякою (дещо довільною) кількістю шихти. Висушувався вміст тиглів у сушильній шафі і після охолодження в ексікаторі знову тиглі зважувалися. Різниця в показаннях двох зважувань дозволяє визначити в кожному випадку масу наважки.

Тиглі містилися в муфельну піч і нагрівалися по заданому режиму. По досягненні певних температур (що вибиралися з постійним кроком у 25°C) тиглі по черзі витягалися. Спочатку охолоджувалися на відкритому повітрі, а потім і в ексікаторі. Після цього вони також зважувалися. Це зважування дозволяло визначити масу наважки після випалу, а, в результаті, і загальну втрату маси у відсотках стосовно початкової наважки в результаті нагрівання до тієї або іншої температури. Результати термогравіметричного аналізу наведені в табл. 2.1.

Таблиця 2.1 - Результати термогравіметричного аналізу

Температура, °C	маса тиглю, г	маса тигля з наважкою, г	маса наважки, г	маса тигля з наважкою після випалу, г	маса наважки після випалу, г	маса втрат після випалу, г	втрати, %
500	2,605	4,668	2,063	4,667	2,062	0,001	0,048
525	2,730	4,631	1,901	4,628	1,898	0,003	0,158
550	2,907	4,585	1,678	4,579	1,672	0,006	0,358
575	3,210	4,685	1,475	4,675	1,465	0,010	0,678
600	3,027	4,489	1,462	4,472	1,445	0,017	1,163
625	2,862	4,440	1,578	4,415	1,553	0,025	1,584
650	2,707	4,215	1,508	4,189	1,482	0,026	1,724
675	2,775	4,553	1,778	4,521	1,746	0,032	1,800
700	2,847	4,516	1,669	4,484	1,637	0,032	1,917
725	3,005	4,657	1,652	4,625	1,620	0,032	1,937

750	3,027	4,515	1,488	4,486	1,459	0,029	1,949
775	2,625	4,189	1,564	4,158	1,533	0,031	1,982

Результати обробки отриманих даних наведені на рис. 2.2.

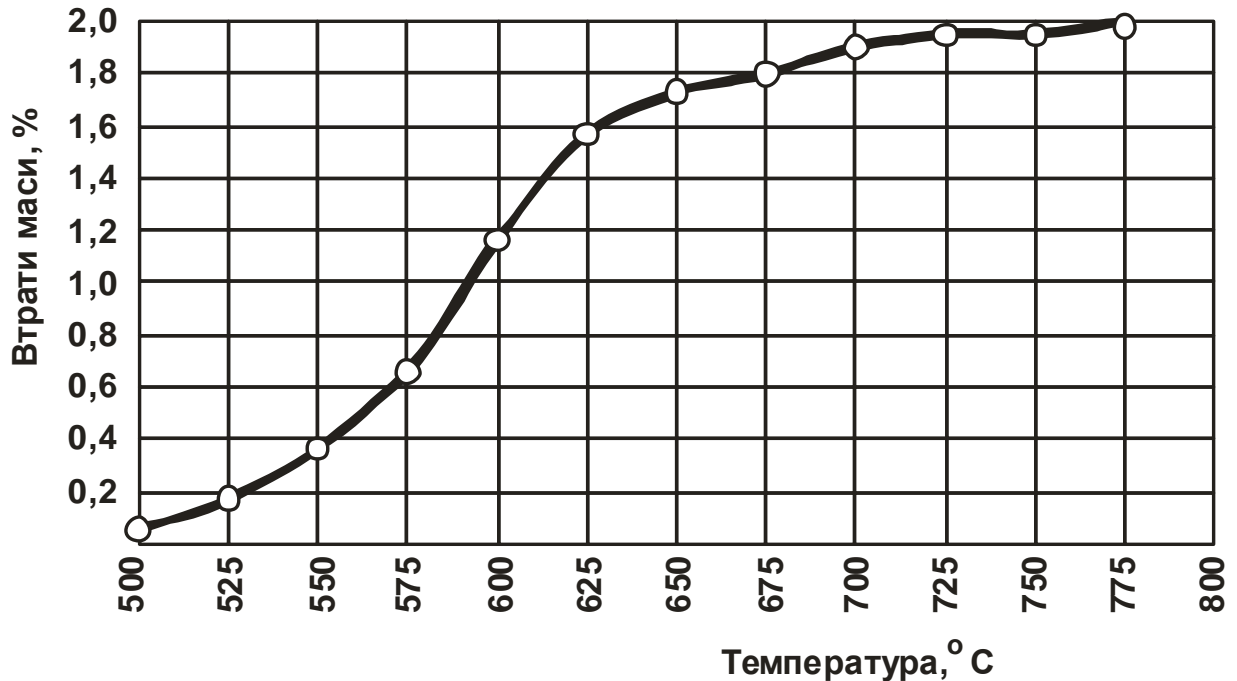


Рис. 2.2 - Результати термогравіметричного аналізу

Як випливає з рисунка, суттєва втрата маси починається від температур порядку 500°C. Ці результати добре корелюють із даними ДТА. Там екзоефект у шихтах починався при температурі порядку 505°C.

Найбільше швидка втрата маси відбувається в інтервалі (575- 625)°C, а потім починає сповільнюватися. Починаючи від температур 700°C і вище, крива асимптотично наближається до деякого значення, що може бути оцінене в 2%. Такий хід кривої може бути пояснений тим, що при температурах порядку 625°C зникає відкрита пористість.

Результати цих досліджень дозволяють зробити дуже важливий висновок.

Втрати маси досягають 2%, у той час як вуглецю в шихті (у виді антрациту) 1,7- 1,8%. Такі втрати маси зразка можуть відбуватися тільки в результаті видалення зі зразка двоокису (або моноокису) вуглецю. Оскільки

вуглець цілком не губиться в результаті випалу (про це свідчить залишковий темно-сірий відтінок піноскла), такий баланс втрати маси може спостерігатися лише в тому випадку, якщо на окислювання вуглецю витрачається кисень із самої матриці скла. Якби в цьому процесі брав участь зовнішній атмосферний кисень, такі втрати були б істотно менші.

2.3 Термоградієнтний аналіз

Фізико-хімічні процеси, протікання яких у сильному ступені залежить від температури, дуже зручно досліджувати за допомогою термоградієнтного аналізу.

У нашій роботі такі дослідження проводилися в градієнтній печі. Оскільки, як було показано вище, газоутворювач (антрацит) має тенденцію до передчасного вигорання, а таке вигорання в тонкому прошарку шихти може істотно спотворити результати, були передбачені певні засоби для зведення утрат вуглецю до мінімуму.

Для цього термообробка провадилася в порцеляновій трубці. Трубка попередньо заповнювалася водною каоліновою суспензією. Потім суспензія виливалася, трубка висушувалася в сушильній шафі. Тонкий шар каоліну попередить налипання піноскла до стінок трубки і полегшить вилучення зразка з трубки. Після цього трубка заповнювалася деякою кількістю шихти піноскла. Потім вручну, а також шляхом вібрації домагалися рівномірного розподілу шихти по довжині трубки при її горизонтальній орієнтації. Таким чином, домагалися рівномірного розподілу шихти уздовж трубки, що заповнювала її у виді об'ємного сегмента. Для ізоляції шихти від зовнішнього повітря трубка з торців закупорювалася повстяним азбестом, просоченим каоліновою суспензією.

Градієнтна піч виводилася на заданий режим, і після досягнення стаціонарного стану в неї вводилася трубка із шихтою. Тривалість перебування зразка в печі складала 5 хвилин. Після цього трубка виймалася,

охолоджувалася на повітрі, і з неї витягався зразок. Стан піноскла вивчалось візуально. Крім цього провадився розпил зразка по ізотермічних площинах, і також вивчався стан зразка в кожному перерізі, співвіднесеному з певною температурою. Результати цих експериментів наведені на рис. 2.3. Техніка таких досліджень буде зрозуміла з рис. 2.4.

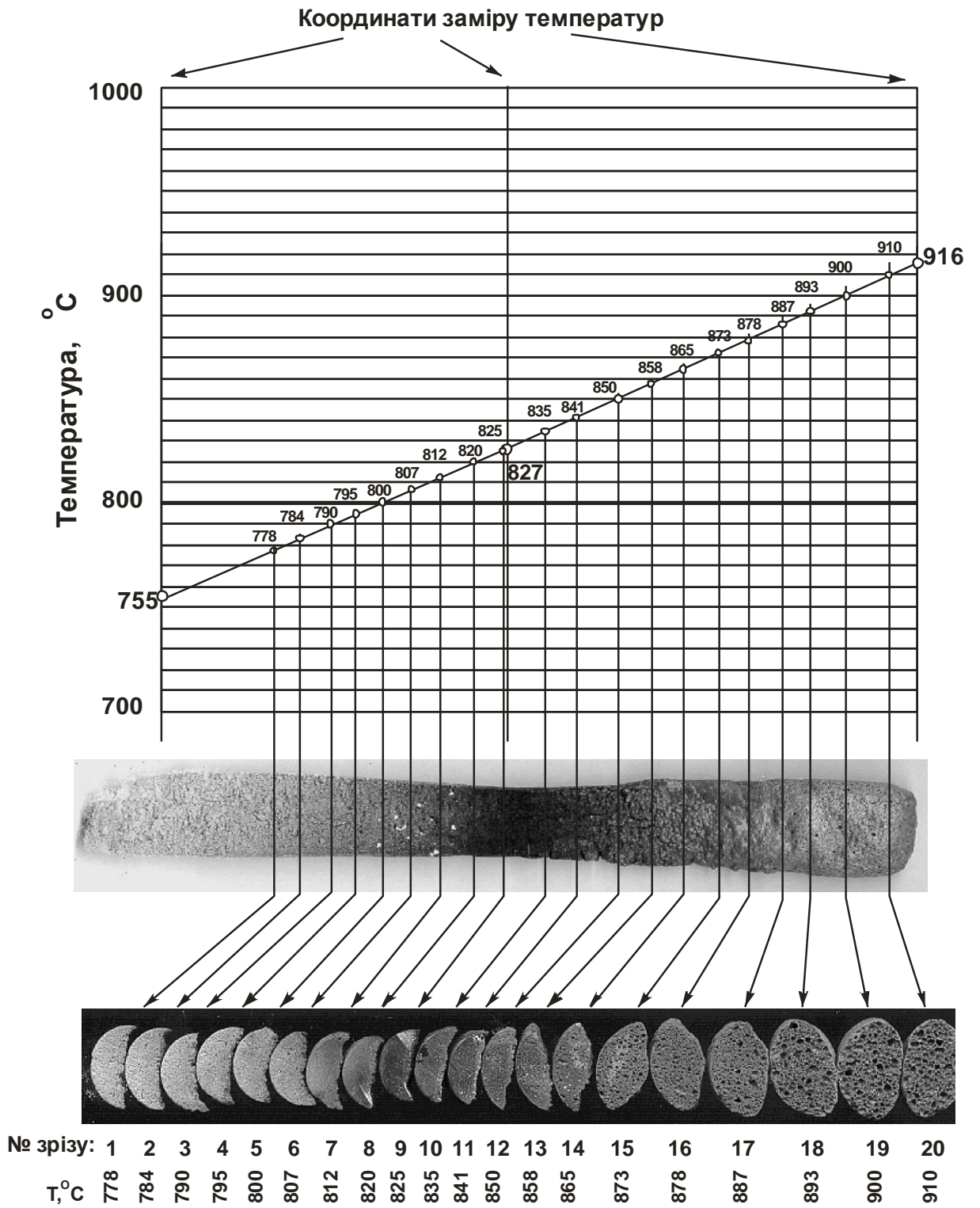


Рис. 2.3. Градієнтне дослідження кінетики спучування піноскла

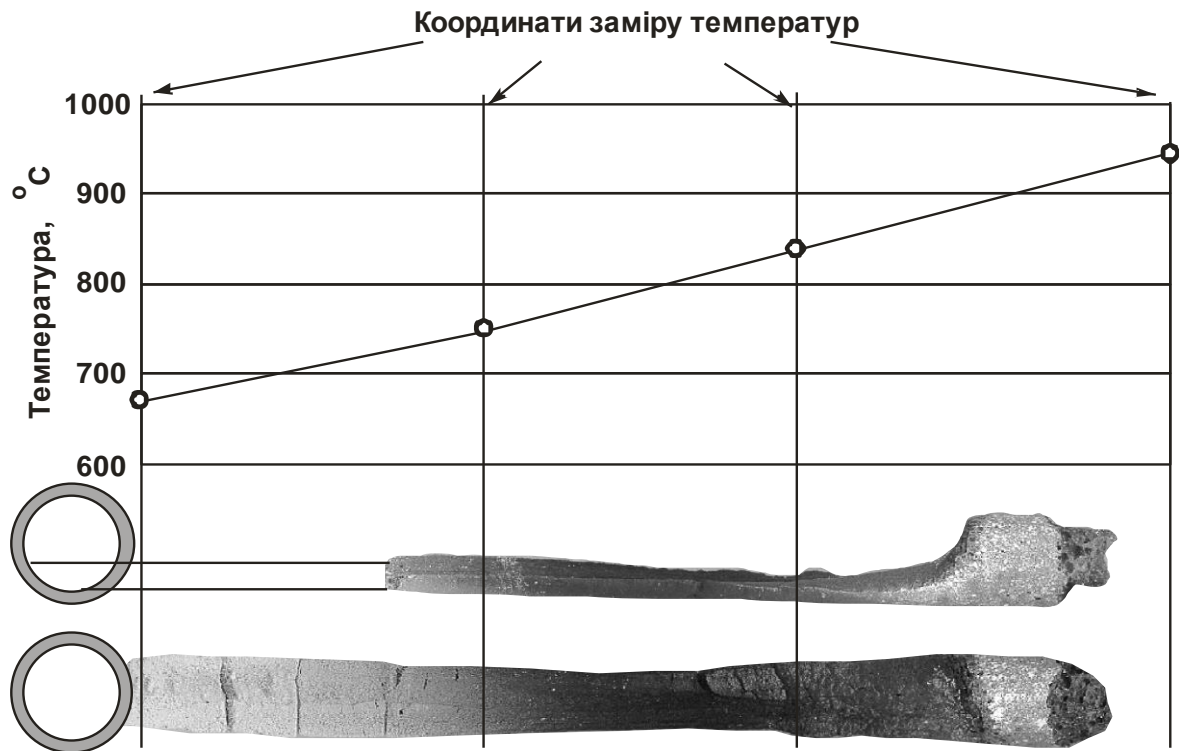


Рис. 2.4 Техніка проведення градієнтних досліджень

На цьому останньому рисунку в натуральний розмір показаний перетин трубки, рівень її заповнення шихтою, а також самий зразок у виді збоку і зверху. На виді збоку показаний тільки фрагмент, що зберіг залишкову тривкість.

Таким чином, можна зробити висновок про те, що при витримці 5 хвилин спікання спостерігається при температурах вище 730°C . В інтервалі температур $\cong (800 \pm 30)^{\circ}\text{C}$ відбувається усадка шихти, утворення моноліту з практично зникненням пористості. З подальшим підвищенням температур починається стрімке збільшення об'єму спученого зразка.

Повертаючись до рис. 2.3, можна відзначити таке. Усадка шихти з утворення практично без пористого й оплавленого моноліту має місце при температурах $(820-840)^{\circ}\text{C}$. При температурах 860°C починається спінювання зразка. У інтервалі $(880-900)^{\circ}\text{C}$ утвориться достатньо прийнятна пориста структура.

З цих результатів досліджень можна зробити такий висновок.

Шихта неминуче проходить стадію практично повного спікання, змонолічування, із зникненням помітної пористості. Це підтверджує висунуту вище гіпотезу про те, що окислювання вуглецю з утворенням пухирів буде відбуватися не за рахунок атмосферного кисню, а хімічно зв'язаного в склі.

2.4 Волюмометрія

2.4.1 Постановка експерименту

Об'єктом дослідження була шихта заводського виробництва, що складається з меленого листового скла і вугілля (антрациту) у кількості 1,8%.

Установка для досліджень (рис. 2.5.) являла собою вертикальну електричну піч. В ній встановлювався алундовий тигель із навішенням шихти. Поверх шихти встановлювався у вільно підвішеному стані керамічний порожнистий стрижень, оснащений термодією і металевим диском на кінці. Диск слугував поплавцем для стрижня. Стрижень підвішувався за допомогою системи блоків таким чином, що його підйом (у процесі спінювання) реєструвався за допомогою датчика переміщення.

Крім реєстрації переміщення вимірювалася так само кожні 60 секунд температура. У результаті були отримані графіки залежності підйому рівня піноскла від температури.

Експерименти проводилися в таких умовах:

- 1 - піч попередньо нагрівалася до 900°C;
- 2 - перед установкою тигля в камеру печі, він нагрівався до 300°C для зниження теплового удару;
- 3 - шихта використовувалася як без добавок так і з добавкою борної кислоти в кількості одного відсотка;
- 4 - експеримент продовжувався до повного припинення спінювання скла.

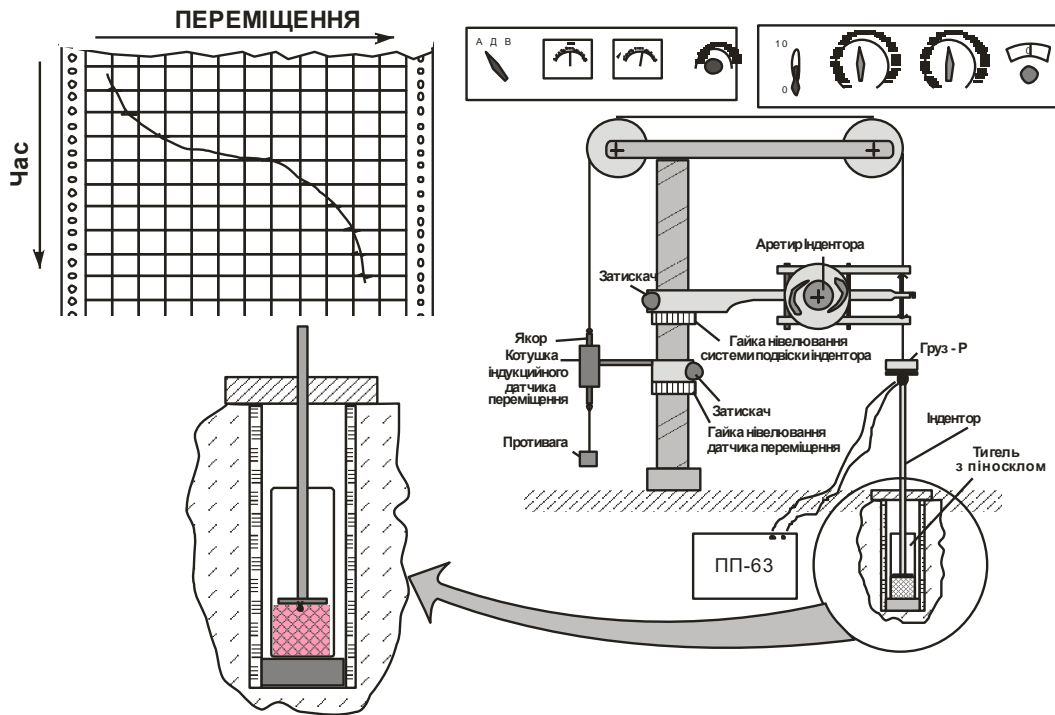


Рис. 2.5 Установа для волюмометричних досліджень

2.4.2 Результати й обговорення досліджень

Отримані графічні криві (рис. 2.6) відбивають динаміку спінювання. На них чітко помітні моменти початку і кінця спінювання. Загальний час спінювання, при такому тепловому режимі, у середньому складає 15 хвилин (без добавок). І починається при $(830-840)^{\circ}\text{C}$.

Є припущення, що весь процес підйому шихти складається з двох різних фізико-хімічних процесів. Перший із них, це власне реакція вуглецю з окиснювачем і виділення газу. Другим є теплове розширення газу, що виділився, при подальшому нагріванні. Причому спочатку йдуть обидва процеси одночасно, а потім тільки другий. Це припущення будується на тому, що на кривих, провівши асимптоти, можна виявити чіткі перегини. Вони знаходяться через 6 хвилин після початку спінювання шихти без добавок і через 5 хвилин, шихти з добавкою борної кислоти. Характерним для цього явища буде те, що воно відбувається в однакові часові періоди (у паралельних

експериментах), але при різних температурах. Це свідчить про те, що в'язкість скла в цей момент робить несуттєвий вплив. Таким чином, це явище, швидше за все, залежить тільки від розміру часток вуглецю, а точніше від площі контактної поверхні вуглець-скло. Надалі планується провести ряд експериментів для підтвердження або спростовання цієї теорії.

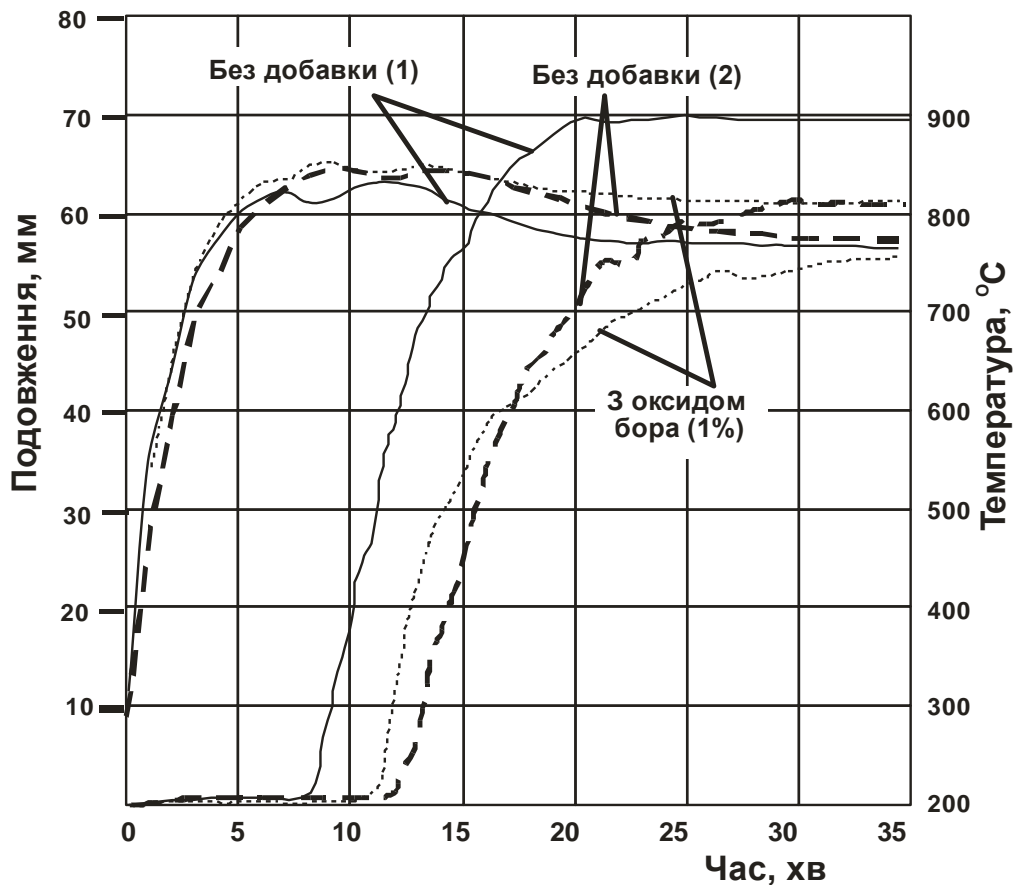


Рис. 2.6 . Динаміка спінювання

Другим виявленим явищем був ендотермічний процес, що проходить безпосередньо перед початком спінювання. Практично всі гадані реакції і процеси в аналізованій системі є екзотермічними. Виняток можуть скласти реакції між вуглекислим газом і компонентами скла, а так само диспергування вуглецю в масі скла під дією ентропії.

Перше припущення базується на тому, що вуглекислий газ є ангідридом вугільної кислоти, тобто більш сильної кислоти, ніж кремнієва. Таким чином,

вуглекислий газ, що виділяється, руйнує силікати з утворенням карбонатів, стійких до термічного розкладання при температурі спінювання, тобто при $(800-850)^{\circ}\text{C}$.

Спроби провести термодинамічні розрахунки для обчислення теплот гаданих хімічних реакцій ні до чого не призвели. Оскільки теплові ефекти дуже малі і вільна енергія Гіббса реагентів і продуктів реакцій не відповідає табличним через фізичні особливості склоподібного стану. Таким чином, теоретичним шляхом підтвердити запропоновану версію не видається можливим.

Друге припущення будується на тому, що швидкість виділення газів аномально велика. Тобто, якщо припустити, що реакція окислювання вуглецю йде тільки лише на поверхні його частки (діаметром у 50 мкм), то для такої швидкості газоутворення необхідний дуже інтенсивне підведення окиснювача. А це неможливо, тому що в цей момент, скло має дуже низьку пористість. Таким чином, більша швидкість окислювання може бути досягнута тільки за рахунок збільшення питомої поверхні вуглецю. Передбачається, що при певних умовах, вуглець набуває спроможності до розчинення, диспергування або інтенсивної дифузії в скломасі. Такими умовами можуть бути дуже малий діаметр часток і високі температури. Оскільки скло є системою, що складається з оксидів, то цілком ймовірна можливість утворення зв'язків метал-кисень-карбон. Причому, без відриву атома карбону від його кристала. Як відомо, вуглець не змочується склом, проте, як бачимо, достатньо інтенсивно з ним реагує. Реакція йде гетерогенно на поверхні вуглецю. А для цього просто необхідно змочування. У результаті виходить, що при малому розмірі часток, вуглець починає змочуватися склом. А якщо змочується, значить утворює деякі, нехай слабкі (за рахунок електростатичної взаємодії) але, проте, хімічні зв'язки на зразок вище згаданих метал-кисень-карбон. Якщо утворюються зв'язки і має місце змочування, то значить з'являється сила, що може змусити частку вуглецю дифундувати або розколюватися на більш дрібні, як під дією поверхнево активних речовин. Таким чином, таке

розколювання (пептизація) буде супроводжуватися ендотермічним тепловим ефектом.

2.5. Хімізм газоутворення

При розробці будь-якої технології потрібно вибрати оптимальні умови проведення процесів. Щодо виробництва піноскла, такими умовами є:

- 1) час;
- 2) температура;
- 3) походження використовуваного вуглецю (сажа, антрацит);
- 4) швидкість нагрівання.

Через те, що експерименти проводилися в лабораторних умовах, а не в заводських, то всі отримані результати мають емпіричний характер і не є абсолютними і можуть носити тільки рекомендаційний характер.

Вплив часу теплового впливу вивчалось шляхом нагрівання шихт у спеціальних кубічних формах при різних теплових режимах. Результат оцінювався шляхом виміру висоти підйому піноскла у формі.

У результаті вдалося сформулювати деякі рекомендації, при виконанні яких, можна одержати піноскло з найменшою об'ємною масою.

Раніше вважалось, що швидкий нагрів потрібний тільки для того, щоб зменшити частку вуглецю, що вигорає. Проте, якщо шихту швидко нагріти до $(600-650)^{\circ}\text{C}$, при цьому одержати щільний осклований спек, потім проводити нагрів із швидкість менше $250^{\circ}\text{C}/\text{год}$, то процес спінювання істотно затягується у часі. Таким чином, виявляється, що чим вище швидкість нагрівання, тим швидше пройде спінювання, причому незалежно від утримання вуглецю. А якщо нагрів отриманого спеку проводити повільніше $300^{\circ}\text{C}/\text{год}$, то спінювання може не відбутися навіть при температурах порядку 1000°C .

За результатами експериментів по визначенню динаміки спінювання (волюмометрії), були отримані дані про час початку і кінця спінювання.

Результати показують, що при розміщенні шихти в піч, нагріту до максимальної температури 860°C , із моменту повного прогріву шихти до температури 830°C на $(20-30)^{\circ}\text{C}$ нижче температури витримки, час спінювання займає 13-15 хвилин. Така інформація може допомогти при оптимізації процесу спінювання шихти при виробництві великогабаритних виробів.

Як відзначалося раніше, швидкість нагрівання шихти повинна бути максимальна. При цьому попередній або східчастий нагрів шихти не має ніякого практичного значення і призводить до зайвих витрат часу й енергії. Таким чином, доцільніше поміщати шихту в заздалегідь нагріту камеру печі до максимальної температури, при якій здійснюється витримка.

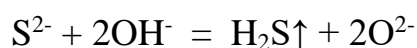
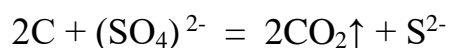
До максимальної температури витримки пред'являються такі вимоги: повинна бути достатньо висока для одержання піноскла з заданою щільністю; повинна бути мінімальна для зниження енергетичних витрат. Ця температура залежить від габаритів виробу і температуропровідності шихти і піноскла. Температуропровідність вивчалася експериментально, і розрахунки приведені в розділі „Теплофізичні дослідження” процесу спінювання піноскла.

Швидкість будь-якої хімічної реакції залежить від фізико-хімічних властивостей реагентів. Застосовуваний вуглець може бути антрацитом, деревним вугіллям, сажею й органічними добавками, що розкладаються при нагріванні. Виходячи з доцільності, можна стверджувати, що деревне вугілля й органіку застосовувати не зручно, тому що це пов'язано з рядом незручностей, таких як задимлення і дорожнеча. По цьому такі джерела вуглецю не розглядалися. У цій роботі досліджувалося спінювання скла під дією антрациту і сажі.

На перший погляд, очевидно, що чим менше частка (більше питома поверхня) тим вище швидкість спінювання. Проте експерименти показали, що, застосовуючи сажу, спінювання йде набагато повільніше ніж з антрацитом. Навіть, незважаючи на те, що сажа хімічно більш реакційна. Пояснення цьому явищу поки не знайдено.

Питання кількості вуглецю, що добавляється, дотепер можна вважати відкритим. Значення 1,8% було узятим з технології застосовуваної на заводі. Воно було отримано суцільно експериментально. Проте, якщо поррахувати кількість газів (у виді CO або CO₂) які повинні виділитися в результаті повного окислювання вуглецю, то виявиться, що реально виділяється на багато менше теоретичного. Виникає питання про те, що, або відбувається не повне окислювання або частина газів поглинається скломасою. Об'єм газів, що перебувають у порах піноскла складає 340 мл на 100 г піноскла. А розрахункова кількість газів складає 3360 мл (при нормальних умовах). Таким чином, якщо все ж утворюється така кількість вуглекислого газу, то щоб поглинути його надлишок, достатньо щоб у склі з ним вступило в реакцію біля 7,5 г. оксиду кальцію (у 100 г. скла), що цілком можливо.

1) Найбільшою загадкою є питання про те, відкіля береться кисень для окислювання вуглецю. Існує декілька теорій, проте кожна з них має хибні. Одні з версій: окиснювачем може слугувати залишок сульфату натрію, що не розклався. І процес може відбуватися такими реакціями:



Підтвердженням такого механізму проходження реакцій є наявність запаху сірководню при руйнації структури піноскла. Сірководень може утворюватися в результаті гідролізу сульфідів під дією лугів і залишкової води в склі.

Для спінювання піноскла одержуваного в лабораторних умовах, необхідно і достатньо утримання SO₃ у кількості 0,5%, що цілком можливо при виробництві листового скла, бій якого використовувався в експериментах.

2) окиснювачем може виступати залишкова вода.

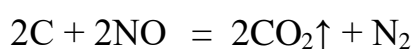
Можлива реакція:



Як відомо, вода присутня у склі в значній кількості у вигляді OH-груп, як залишків кремнієвої кислоти. В якості заперечення запропонованому

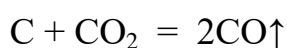
механізму, можна назвати те, що подібна реакція (вугілля з водою) йде при температурах понад тисячу градусів, а процес спінювання в більшості випадків починається вже з $(600-700)^{\circ}\text{C}$.

3) Окиснювачем може виступати не нітрати, що цілком розклалися, і нітриту натрію. Можна заперечити, що їхнє розкладання відбувається при температурах до $(900-1000)^{\circ}\text{C}$, а варіння стёкол йде у середньому при 1450°C . Однак треба не забувати, що реакція розкладання, у даному випадку, буде йти не до кінця, а до певної рівноваги, звісно істотно зсунутої у правий бік. Механізм окислювання можна відбити такою реакцією:



4) Окиснювачем можуть виступати оптичні освітлювачі, що добавляються в скло, оксиди заліза, присутні в сировині, й оксиди полівалентних елементів, що потрапляють у скло як домішки. Про це може свідчити зміну кольору скла після спінювання. Піноскло приймає відтінки зеленого й іноді рожевого кольорів.

5) Окислювання може йти за рахунок диспропорціювання вуглецю і вуглекислого газу, розчиненого в склі. Оскільки, як відзначалося раніше, вуглекислий газ може розчинитися в склі, то він може потрапляти в скло ще при готуванні. Хід процесу можна відбити такою реакцією:



6) Окиснювачем може виступати оксид кремнію, утворюючи карбіди або змінюючи ступінь окислювання з «+4» на «+2» переходячи в монооксид.

Усі вище описані механізми перебігу реакцій на даний момент не мають однозначного ні підтвердження, ні спростовання. Вони можуть проходити окремо, по черзі або накладатися один на одного в певні моменти часу й в певних температурних інтервалах.

Застосовувані методи дослідження (ДТА, ТГА, ділатометрія) не дають і не можуть дати однозначної відповіді на питання, що стосуються механізму спінювання піноскла. Це пов'язано з рядом причин, таких як низька чутливість

методу дослідження і не відповідність температурних інтервалів дослідження з температурним інтервалом проходження фізико-хімічних процесів.

Для більш точного дослідження варто застосовувати спектральні методи дослідження, що можуть дати більш точну картину того, що відбувається в піносклі в будь-який момент часу.

2.6. Дослідження на модельних зразках

2.6.1 Методологія проведення експерименту

У якості шихти використовувалася старанно усереднена суміш високодисперсних порошків скла (листового) і антрациту. Кількість антрациту в шихті - 1,8%.

Маса наважки шихти в кожному досвіді була рівною 40 г. Об'єм такої наважки складає 35 см³ (після легкого струшування, вібрації). Насипна маса шихти - 1,14 г/см³.

Спінювання шихти проводилося в сталевих кюветах кубічної форми. Розмір: (55×55×55) мм. Для запобігання передчасного вигорання антрациту форми закривалися сталеві кришкою. Товщина стінок форм - 1 мм. Перед експериментом, для запобігання налипання піноскла до металевої поверхні форми, останні зсередини обмазувалися каоліновою суспензією і висушувалися.

Шихта з добавкою засипалася в у такий спосіб підготовлену форму, шляхом легкого струшування вирівнювався поверхневий шар шихти. Далі закрита кришкою форма поміщалася в лабораторну муфельну піч. Піч попередньо виводилася на заданий температурний режим.

Підтримка необхідної температури в печі здійснювалося позиційним автоматичним регулятором, що працює в режимі: вмк/вимк. Після виходу печі на заданий режим температура не залишається приблизно постійною.

2.6.2 Визначення режиму спінювання модельних зразків

Температурні параметри спінювання, встановлені фізико-хімічними методами, не відбивають адекватно реальні параметри, що повинні прийматися до уваги при одержанні лабораторних (модельних) зразків, тим більше реальних промислових виробів. Дається взначи масштабний просторово-часовий фактор.

Для встановлення часового режиму спінювання був проведений такий експеримент. Форма, що заповнюється щораз однаковою кількістю шихти (40 г), витримується в муфельній печі, нагрітій до 860°C. Відмінність складається в тривалості витримки. Вона відповідно складає: 5, 10, 15, 20, 25 і 30 хвилин.

На рис. 2.7 показано кінетика спінювання скла при таких дослідженнях. На рисунку подані сканокопії середнього вертикального перетину отриманих зразків для кожної тривалості витримки. На графіку показана залежність висоти зразка, а також прогнозована об'ємна маса піноскла в залежності від тривалості витримки для поточних значень температур.

Як слідує з результатів досліджень, через 5 хвилин спостерігається усадка шихти з утворенням моноліту. Після цього, починаючи з 10-ої хвилини, спостерігається спінювання, що бурхливо розвивається після 15-ої хвилини. Потім темп спінювання сповільнюється. Можна вважати, що до 30-ої хвилини висота зразка досягає свого максимального значення. Подальший випал не має сенсу.

Зразок має цілком задовільну коміркову структуру. Прогнозована об'ємна маса зразка знаходиться на прийнятному рівні - 0,19 г/см³.

Подальші дослідження можуть проводитися по такій же схемі.

3 ТЕХНІКА Й МЕТОДИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

3.1. Методика виготовлення дослідних зразків

В якості шихти використовувалася ретельно усереднена суміш високодисперсних порошоків скла (листового) і антрациту. Кількість антрациту в шихті - 1,8%. Маса навішення шихти в кожному досвіді дорівнювала 40 г. Об'єм такого навішення становить 35 см^3 (після легкого струшування, вібрації). Насипна маса шихти – $1,14 \text{ г/см}^3$.

Спінювання шихти проводилося в сталевих кюветах кубічної форми.

Форма була виготовлена з жаростійкої сталі. Для зручності вилучення зразків вона виконана у вигляді усіченої піраміди. Розмір форми в плані: у дна - $60 \times 60 \times 60 \text{ мм}$; у поверхні $65 \times 65 \times 65 \text{ мм}$. Висота форми 60 мм.

Для запобігання передчасного вигорання антрациту форми закривалися сталевою кришкою. Товщина стінок форм – 1 мм. Перед експериментом, для запобігання прилипання піноскла до металевих поверхонь форми, останні зсередини обмазувалися каоліновою суспензією й висушувалися.

Шихта засипалася в у такий спосіб підготовлену форму, шляхом легкого струшування вирівнювався поверхневий шар шихти. Далі закрита кришкою форма поміщалася в лабораторну муфельну піч. Піч попередньо виводилася на заданий температурний режим.

Підтримка необхідної температури в печі здійснювалося позиційним автоматичним регулятором. Експеримент проводився на трьох основних температурних режимах: 840, 850, 860°C.

3.2. Визначення режиму спінювання модельних зразків

Температурні параметри спінювання, обумовлені фізико-хімічними методами (ДТА, ТГ), не відбивають адекватно реальні параметри, які повинні прийматися до уваги при одержанні лабораторних (модельних) зразків, тим

більш реальних промислових виробів. Позначається масштабний просторово-часовий фактор.

Для підбору часового режиму спінювання був проведений наступний експеримент. Форма, заповнювана щораз однаковою кількістю шихти (40 г), витримується в муфельній печі, нагрітої до 840, 850, і 860°C. Варіюються її тривалості витримки. Вона відповідно становить: 5, 10, 15, 20, 25 і 30 хвилин.

По закінченні першої половини часу чергового спінювання форма поверталася на 180° для запобігання асиметрії термічного впливу. Сторона форми, що звернена до тильної стінки порожнини печі гріється сильніше, ніж сторона, звернена до передніх дверцят печі. Під час повертанні форми знімається кришка. До цього моменту зникає ризик вигорання вуглецьвміщуючої добавки, а кришка, у випадку гарного спінювання (за межі верхнього зрізу форми) може спотворити конфігурацію спіненого виробу.

Після закінчення другої половини терміну випалу форма вилучається з печі, злегка прохолоджується для стабілізації піни, і далі міститься в муфельну піч відпалу.

Відпал у даній серії експериментів відігравав другорядну роль. Він проводився лише для того, щоб одержати можливість витягу зразка з форми й наступного його розпила без руйнування зразка.

Відпал здійснювався в ході мимовільного охолодження муфельної печі, попередньо розігрітої до температури порядку 550- 600°C.

Після охолодження форм зразок вилучався шляхом підпилки бічних граней ножівковим полотном. Далі витягнутий зразок розпилювався по середині у вертикальній площині.

Кінетика спінювання скла при таких дослідженнях вивчалася візуально. У розділі X будуть наведені сканокопії середнього вертикального перерізу отриманих зразків для кожної тривалості витримки.

Як витікає з результатів досліджень, через 5 хвилин спостерігається усадка шихти з утворенням моноліту. Після цього, починаючи з 10-ї хвилини, спостерігається спінювання, що бурхливо розвивається після 15-ї хвилини.

Потім темп спінювання вповільнюється. Можна вважати, що до 30-ї хвилини висота зразка досягає свого максимального значення. Подальший випал не має смислу.

Отримані за даною методикою зразки піддавалися наступним випробуванням.

3.3. Ударна в'язкість

Питома ударна в'язкість виміряється роботою, витраченою на однократний злам зразка з поперечним перерізом в 1 см^2 при ударному вигині. Вона виражається в Дж/см².

При спінюванні скла й перетворенні його в ніздрюватий матеріал (піноскло) відбувається зменшення реальної міцності матеріалу. При цьому не вдається перебороти його крихкості, у зв'язку із чим питома ударна в'язкість має досить низькі значення.

Крихкість піноскла, закладена в самій природі цих матеріалів, обумовлює й порівняно малу залежність величин його ударної в'язкості від складу.

Метод визначення питомої ударної в'язкості заснований на вимірі роботи, необхідної для руйнування зразка, що вільно лежить на опорах, при ударному вигині. Для цієї мети ми використовували маятниковий копер, що має запас енергії 1 Дж - копер МК 0,5.

Відповідно до ДСТУ 11067—64 для випробування використовували зразки піноскла прямокутної форми розміром у поперечному перерізі $(9 \pm 0,5) \times (17 \pm 1,0)$ мм. Відстань між опорами на копрі 50 мм. Випробуваний зразок розташовують на опорах широкою поверхнею. Для одержання досить точних значень ударної в'язкості кількість зразків повинне бути можливо більшим.

3.4. Міцність на згин

Межею міцності при вигині називають таке згинаюче зусилля, що викликає руйнування зразка. Міцність піноскла при вигині мало відрізняється від міцності при розтяганні, тому що ці два види міцності взаємозалежні. Значення межі міцності при вигині коливається залежно від типу скла від 0,4 до 1,1 МПа.

Результати визначень механічних властивостей у різних типів піноскла, отримані різними дослідниками, часто непорівнянні, тому що розходження умов досвідів іноді перевищують вплив хімічного складу скла на його міцність. Найбільший вплив на міцність піноскла робить стан його поверхні. Форма зразка, його розміри, температура при випробуванні й швидкість навантаження зразка є менш істотними.

У міру збільшення тривалості навантаження зразків межа міцності скла при вигині знижується.

При випробуванні скла на вигин застосовувалися зразки різної довжини у вигляді пластинок шириною 17—25 мм, товщиною 17—19 мм. Відстань між опорами залежно від довжини зразка становила 23- 37 мм. Точність визначення межі міцності при вигині не перевищує 15-20%.

Межа міцності при вигині $R_{\text{виг}}$ розраховували по формулі:

$$R_{\text{виг}} = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot \delta^2} \quad (3.1)$$

де P — навантаження в Н; l — відстань між опорами в мм; δ - товщина пластинки в мм; b - ширина пластинки в мм.

3.5. Водопоглинання

Водопоглинення піноскла впливає на ряд найбільш важливих властивостей і особливо на теплопровідність. Цей показник, що характеризує

побічно структуру піноскла, впливає на підвищення конвекції в ізоляційному шарі при позитивних температурах і збільшення тепломасо-переносу в умовах глибокого холоду.

При устрої ізоляції в умовах підвищеної вологості навколишнього середовища й експлуатованої при знакозмінних температурах величина водопоглинення піноскла має важливе значення. Для цих цілей повинне застосовуватися волого захисне піноскло, що має незначне водопоглинення, упорядковану й замкнуту структуру.

Для визначення водопоглинення піноскла запропоновані різні методи. Ми застосували методику, по якій зразок піноскла розміром $7 \times 7 \times 7$ см витримується під водою при нормальній температурі протягом 24 години. Кількість води, абсорбована випробуваним зразком, виражене в % об'єму, і характеризує величину водопоглинення. Для піноскла, використовуваного для теплоізоляції в умовах позитивних температур, деяке відхилення від правдивої величини водопоглинення не має вирішального значення. Тому така методика є цілком прийнятною.

Розрахунок водопоглинення провадиться по формулі

$$W = \frac{G_2 - G_1}{V} \cdot 100, \quad (3.2)$$

де W — значення водопоглинення, про. %;

G_2 — маса зразка, витриманого під водою протягом 24 год;

G_1 — маса сухого зразка, г;

V — об'єм зразка, см^3 .

Як показує практика експлуатації об'єктів, де піноскло працює в умовах високої вологості, така методика не є досконалою. Вона не дозволяє визначити правдиве водопоглинення піноскла. В цьому випадку варто користуватися відомим методом кип'ятіння, що дозволяє досягати таких же надійних результатів, як і при застосуванні вакуумного методу.

За методикою кип'ятіння застосовуються зразки $5 \times 5 \times 5$ см, у яких всі грані обпиляні. Зважування провадиться з точністю до 0,1 г, визначення

лінійних розмірів — до 0,1 мм. Підготовлені зразки поміщають у посудину для кип'ятіння на дрогове проміжне дно, віддалене на 20 мм від дна посудини. Відстань між зразками повинне бути не менш 10 мм. Після цього зверху накладають другу сітку, що навантажується з таким розрахунком, щоб при кип'ятінні зразки не спливали. Посудина наповнюється холодною водою на 30 мм вище верхньої площині випробуваних зразків і піддається повільному нагріванню до температури кипіння протягом 2 год. Після 3-х годин кип'ятіння при заданому в посудині рівні води зразки прохолоджуються в природних умовах протягом 24 год. Потім охолоджені зразки витягають із посудини, осушують рушником і зважують. Розрахунок об'ємного водопоглинення роблять по вищенаведеній формулі.

Зазначена формула не враховує характер розподілу води у випробуваному зразку, а також не дозволяє довідатися, яка частина із загальної кількості пор заповнена водою. Запропоновані для цих цілей інші формули через свою громіздкість у практичній роботі не застосовуються.

Як показали експерименти, при незначному водопоглинанні величина його майже не відрізняється залежно від того, за якою методикою вона визначалася. Різниця в даних збільшується тільки при значному підвищенні відкритої пористості піноскла.

Одноразове визначення значення водопоглинення ще не говорить про тривалу стійкість до дії води. Розмаїтість умов експлуатації піноскла при підвищеній вологості утрудняє вибір методики випробувань, що найбільше близько відповідала б реальним. У зв'язку із цим рекомендують тривале витримування зразків піноскла під водою. Хоча цей метод і не дає відповіді на поставлене питання, тому що умови випробувань значно жорсткіше, ніж потрібно, однак їм доводиться користуватися, тому що відсутні інші методи, більш близькі до реальних умов експлуатації.

3.6. Пористість, об'ємна маса

Пори - це проміжки (порожнини) між елементами структури матеріалу. Сукупна інтегральна характеристика пор називається пористістю. Пори утворюються в матеріалах на різних стадіях виготовлення.

Пористість матеріалів обумовлює як зміна деяких фізико-механічних властивостей (наприклад, зменшення гаданої щільності, теплопровідності), так і поява принципово нових (здатності усмоктувати рідину, пропускати гази й рідини й ін.).

Залежно від форми й ступеня зв'язності порових каналів розрізняють пористість відкриту, зумовлюючу проникність матеріалів, і закриту (замкнену).

З кількісної точки зору пористість характеризується відносною частиною об'єму матеріалу, зайнятого порами (або об'ємом пор в одиниці об'єму матеріалу).

Пористість, особливо відкрита, різко підвищує хімічну активність матеріалів, знижує їхню корозійну стійкість і жароміцність, оскільки в хімічних реакціях бере участь вся поверхня відкритих пор усередині матеріалу

Більша внутрішня поверхня деяких оксидних матеріалів, пов'язана з наявністю великої відкритої пористості, дає можливість застосовувати їх як сорбенти й носії каталізаторів.

У матеріалах, одержуваних литтям (кам'яне лиття), пори можуть виникати в процесі кристалізації (усадкова пористість). Ця пористість невелика й такі матеріали до «пористих» не відносяться.

У традиційних керамічних матеріалах і матеріалах, одержуваних порошковими методами, пори виникають уже на стадії формування (пресування) вихідних глинистих матеріалів і порошоків.

Пори можна створювати штучно - введенням летких пороутворювачів у керамічні спечені матеріали або спінюванням і швидким охолодженням силікатних розплавів при одержанні пінистих матеріалів.

Піноматеріали – це матеріали з ніздрюватою (пористою) структурою. Відрізняються невеликими об'ємною масою й теплопровідністю. У пінистих матеріалах звичайно є великі макропори (від 1 до 3-5 мм), що розрізняються візуально, і рідко - мікропори мікрометрового розміру, видимі лише в мікроскоп. Матеріали з макропористою структурою містять, як правило, мікропори в стінках, що розділяють великі (замкнуті й сполучені) пори.

Перевага дрібних і замкнутих пор: підвищують міцність, теплозахисні й звукоізоляційні властивості матеріалів. Загальна пористість 30 - 98%.

Ніздрювате скло, вироблене з тонкоподрібненого скляного бою або гранульованого скляного розплаву, називається піноскло. Різновид пінистих матеріалів - піношлякоситал, скло для якого одержують (варінням) з доменних шлаків і кварцового піску. Близька по властивостях до пінистих матеріалів жужільна пемза, одержувана поризацією розплаву металургійних (головним чином доменних) шлаків.

Пористість (щира) визначалася розрахунковим шляхом на підставі визначення об'ємної маси по формулі

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (3.3)$$

де m - маса зразка; V - об'єм зразка.

Об'єм зразка визначався двома методами, залежно від можливості одержати зразок тої або іншої конфігурації. Для зразків неправильної конфігурації об'єм визначався гідростатичним методом, - по об'єму води, що витісняється з посудини зі зливальним патрубком постійного рівня. У випадках, коли вдавалося одержати шляхом розпилу зразок у вигляді правильного паралелепіпеда, об'єм визначався шляхом виміру штангенциркулем трьох ребер.

Істинна пористість розраховувалася по формулі

$$П = \frac{\rho_{ст} - \rho}{\rho_{ст}} \cdot 100, \quad (3.4)$$

де $\rho_{ст}$ - власне щільність матричного скла, приймалося значення 2,5 г/см³.

4 ОПТИМІЗАЦІЯ РЕЖИМУ ВИПАЛУ ПІНОСКЛА ПО ПОКАЗНИКАХ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ

4.1. Визначення об'ємної маси піноскла

Об'ємна маса піноскла визначалася двома методами, відповідно двом методам визначення об'єму зразка.

У тому випадку, коли зразки піноскла не мали правильну геометричну форму (паралелепіеда), об'єм зразків визначався гідростатичним методом. Його суть полягає у визначенні об'єму (або маси) води, що витісняється з посудини зі зливальним патрубком після повного утоплення у воду даного зразка.

У випадку, коли вдавалося одержати зразок правильної геометричної форми (паралелепіед), - його об'єм розраховувався на підставі лінійних розміром трьох ребер. Маса зразків у всіх випадків визначалася шляхом зважування на аналітичних вагах.

Гідростатичний метод

Експериментальні дані наведені в табл. 4.1, результати розрахунку об'ємної маси - в табл. 4.2. Як витікає з табл. 4.1, для кожної із трьох температур витримки, із часом маса незначно убуває. Це пов'язане із втратою вуглецю у зв'язку з його вигоранням. Об'єм же зразків у всіх випадках швидко наростає в результаті спінювання. За зрозумілих причин об'ємна маса для початкового моменту часу (0 хв) не визначалася

Таблиця 4.1 - Експериментальні дані (об'ємна маса, г/см³)

		Маса зразка, г			Об'єм зразка, см ³			
		Температура, °C			Температура, °C			
		840	850	860	840	850	860	860
Час витримки, хв	5	39,31	39,37	39,35	5	22,5	19,5	17,5
	10	39,26	39,26	39,26	10	72	82	122
	15	39,24	39,23	39,2	15	92	146	184
	20	39,24	39,23	39,2	20	166	174	208
	25	39,24	39,23	39,2	25	204	212	212
	30	39,24	39,2	39,2	30	208	218	240

Таблиця 4.2 - Розрахункові дані (об'ємна маса, г/см³)

		Температура, °C		
		840	850	860
Час витримки, хв	5	1,75	2,02	2,25
	10	0,55	0,48	0,32
	15	0,43	0,27	0,21
	20	0,24	0,23	0,19
	25	0,19	0,19	0,18
	30	0,19	0,18	0,16

Результати розрахунків, наведені в табл. 4.2 та ілюструються на рис. 4.1. На ньому наведене сімейство кривих залежності об'ємної маси від тривалості спінювання для трьох температур: 840, 850, 860°C. Як слідує з рисунка, об'ємна маса спочатку стрімко зменшується десь до 10-ї хвилини. Потім темп уповільнюється й, починаючи з 20-ї хвилини її значення стабілізується на рівні приблизно 0,2 г/см³. Цікаво відзначити, що на 5-й хвилині значення об'ємної маси для мінімальної температури досліджуваного інтервалу (840°C) вище, ніж для максимальної температури досліджуваного інтервалу (860°C).

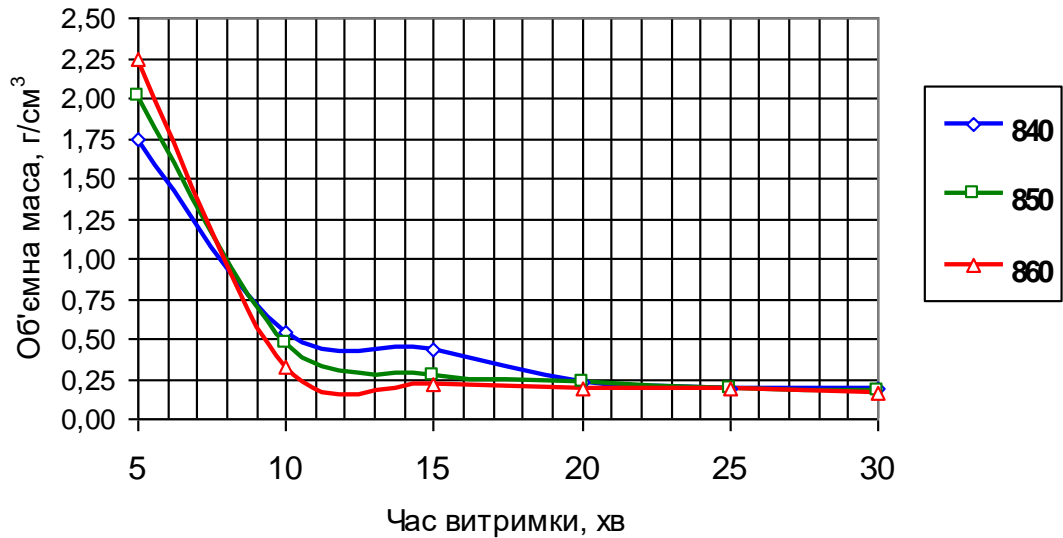


Рис. 4.1. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

На 10-й хвилині ці значення міняються місцями. Значення для середньої температури (850°C) в обох випадках займає проміжне положення. Це пояснюється тим, що до 5-ї хвилини відбувається оплавлення й монолітизація зразка. Природно, для більш високої температури це явище виражене більшою мірою. З закінченням деякого часу, у нашій випадку п'яти хвилин, починається спінювання й зменшення об'ємної маси. Логічно, що більш висока температура обумовить меншу об'ємну масу.

В інтервалі часу 10-20 хвилин хід кривих різний. Вище всіх проходить крива для мінімальної температури (840°C), нижче всіх - для максимальної температури (860°C). Стабілізація значення об'ємної маси на кінцевому рівні (порядку 0,2 г/см³) для 840°C відбувається на 20-й хвилині, для 850°C - на 15-й хвилині, для 860°C - на 10-й хвилині.

На рис. 4.2 показана проекційна діаграма значень об'ємної маси залежно від часу витримки й температури. На ній показані поля, у межах яких значення об'ємної маси змінюється в деяких межах: до 0,2 г/см³; 0,2- 0,4 г/см³; 0,4- 0,6 г/см³ і т.д. Аналізується інтервал до 2,2 г/см³.

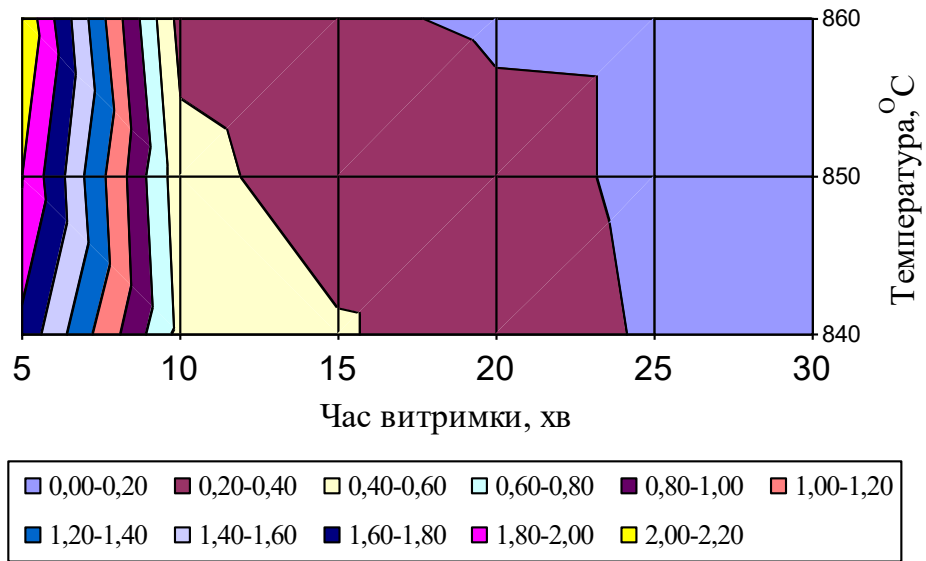


Рис. 4.2. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

На рис. 4.3. показана точно та ж діаграма, тільки для області малих значень об'ємної маси (до $0,5 \text{ г/см}^3$) і з меншим кроком ($0,1 \text{ г/см}^3$). Саме ці значення можуть мати місце в практиці одержання виробів з піноскла.

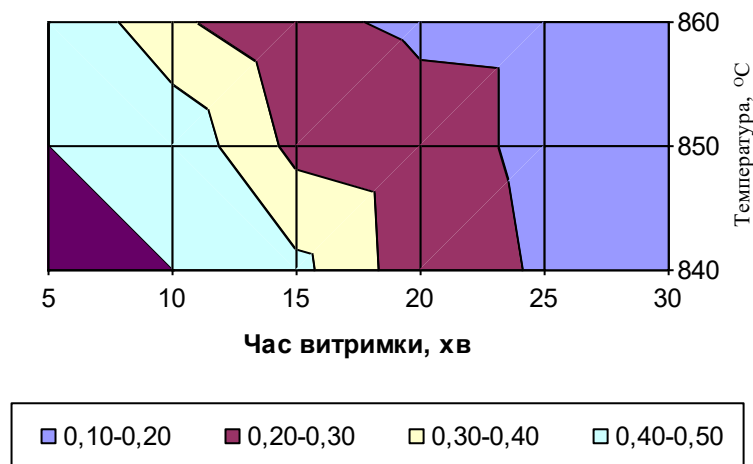


Рис. 4.3. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

(область малих значень)

Як видно з діаграм, піноскло зі значенням об'ємної маси менше $0,2 \text{ г/см}^3$, а цей варіант варто визнати як ідеальний, можна одержати:

- при температурі 840°C і тривалості витримки більше 4,8 хвилин;
- при температурі 850°C і тривалості витримки більше 4,6 хвилин;
- при температурі 860°C і тривалості витримки більше 3,5 хвилин.

Для ще більшої наочності результатів на рис. 4.4 наведена відповідна просторова діаграма. На ній різним заливанням показані області зміни об'ємної маси до $2,5 \text{ г/см}^3$ із кроком $0,5 \text{ г/см}^3$. Функціональна поверхня в області перших хвилин витримки круто йде долілиць, а потім після 5-ї - 10-ї хвилини орієнтована практично горизонтально.

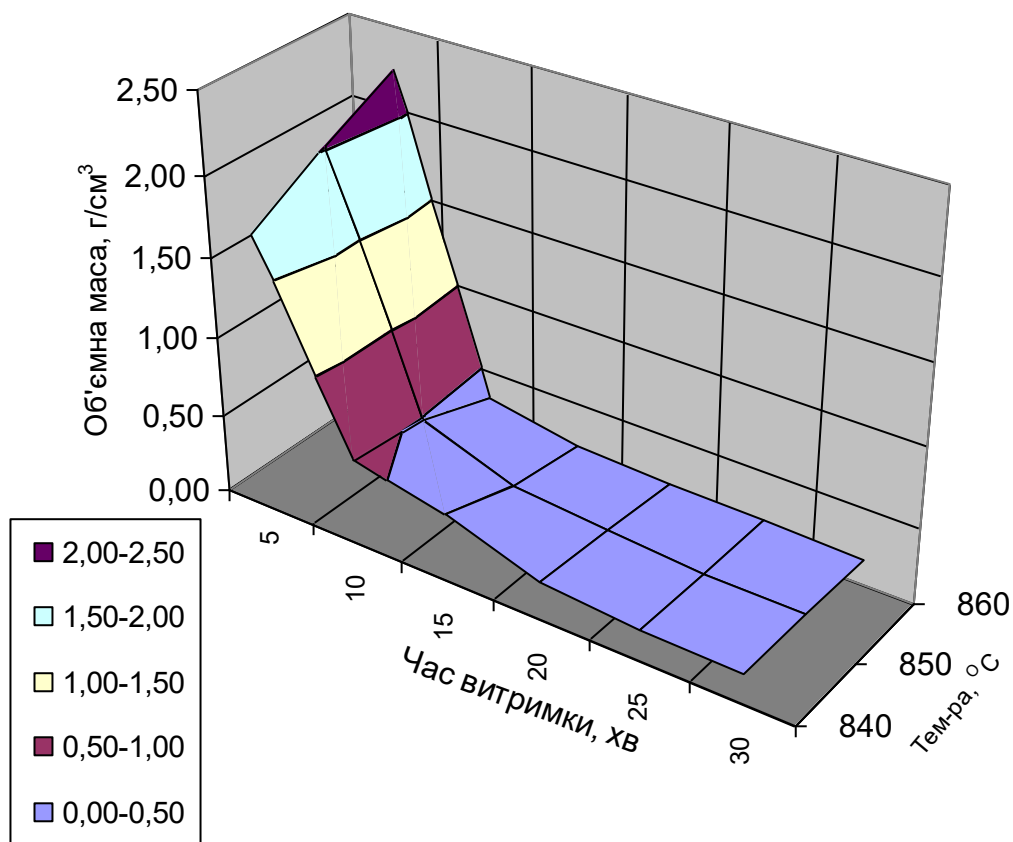


Рис. 4.4. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки (просторова діаграма)

Визначення об'ємної маси на підставі виміру лінійних розмірів зразків

У випадку, коли вдавалося одержати зразки у вигляді правильних паралелепіпедів, їхня об'ємна маса визначалася на підставі об'єму отриманого розрахунковим шляхом після виміру трьох ребер паралелепіпеда. Маса також визначалася зважуванням на аналітичних вагах.

Відповідні експериментальні й розрахункові дані наведені в табл. 4.3 і табл. 4.4.

Таблиця 4.3. – Експериментальні дані (об'ємна маса, г/см³)

		Маса зразка, г		
		Температура, °C		
		840	850	860
Час витримки, хв	5	39,31	39,37	39,35
	10	2,9	4,71	9,08
	15	7,33	6,85	18,15
	20	19,23	19,38	16,67
	25	18,88	18,93	15,2
	30	17,65	16,8	13,22

		Лінійні розміри, мм									Об'єм зразка, см ³		
		Температура, °C									840	850	860
		840			850			860					
		a	b	c	a	b	c	a	b	c	840	850	860
Час витримки, хв	5										22,5	19,5	17,5
	10	15	8	53	15	11	53	26	19	50	6,36	8,745	24,7
	15	19	17	51	27	18	47	46	43	47	16,5	22,84	92,97
	20	45	36	50	50	40	50	46	46	47	81	100	99,45
	25	46	45	50	48	47	49	46	45	55	104	110,5	113,9
	30	44	44	48	50	43	50	36	46	56	92,9	107,5	92,74

Таблиця 4.4. – Розрахункові дані (об'ємна маса, г/см³)

		Об'ємна маса, г/см ³		
		Температура, °C		
		840	850	860
Час витримки, хв	5	1,75	2,02	2,25
	10	0,46	0,54	0,37
	15	0,44	0,30	0,20
	20	0,24	0,19	0,17
	25	0,18	0,17	0,13
	30	0,19	0,16	0,14

За аналогією з попереднім поданням результатів, графічна інтерпретація результатів наведена на рис. 4.5- 4.7.

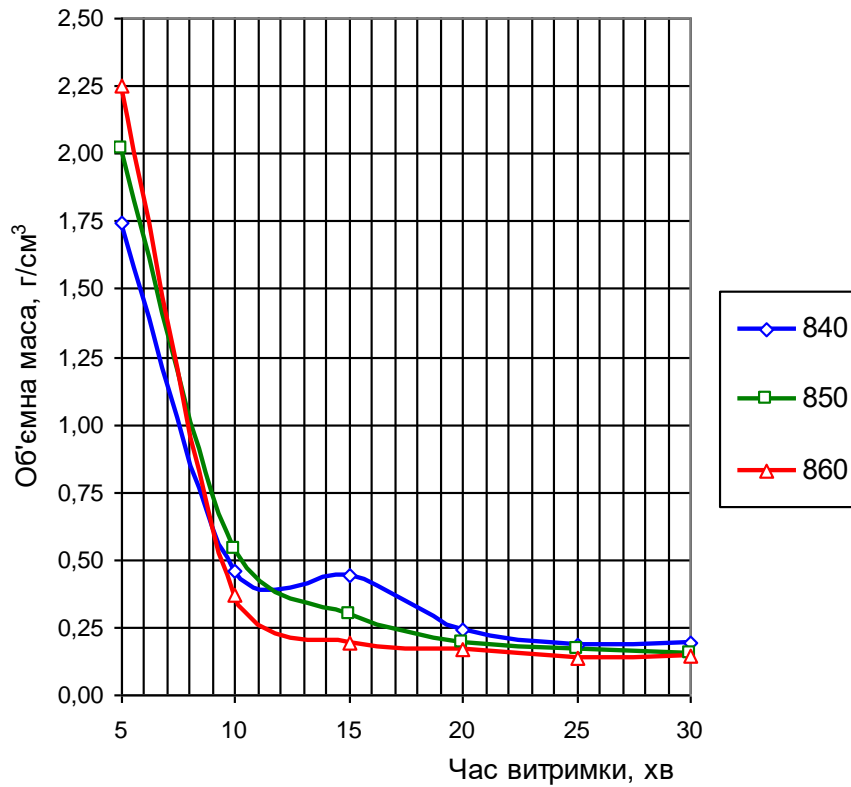


Рис. 4.5. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

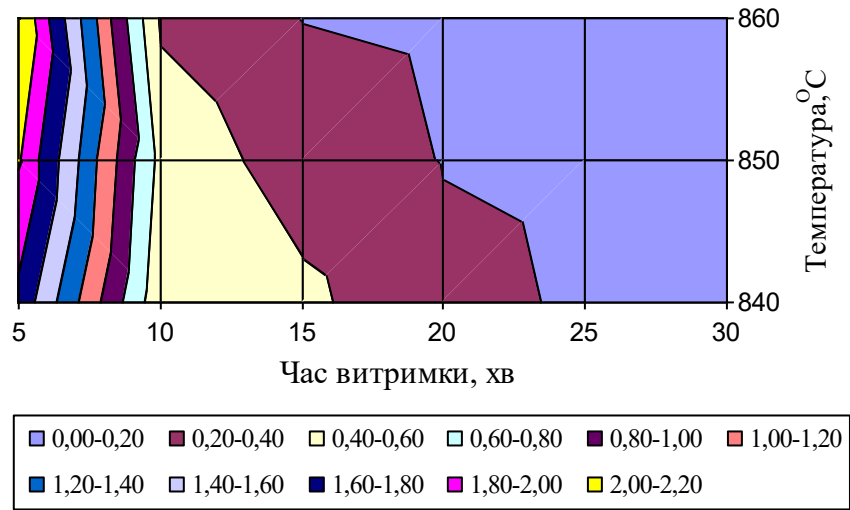


Рис. 4.6. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

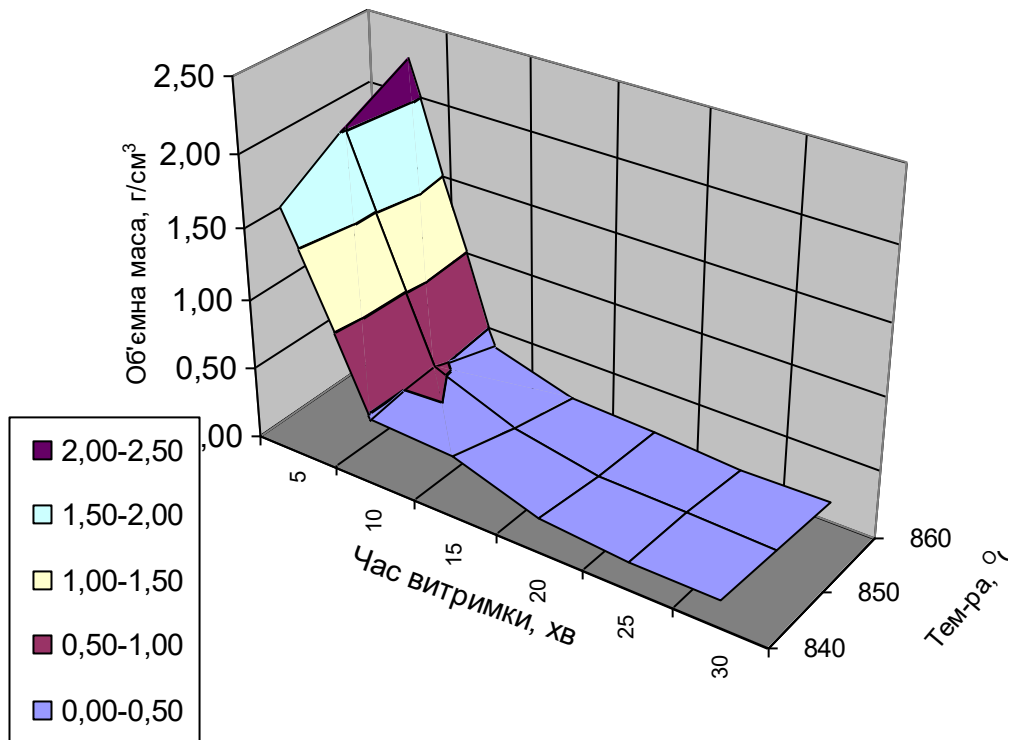


Рис. 4.7. Залежність об'ємної маси від температури і часу витримки

На рис. 4.5 хід сімейства кривих залежності об'ємної маси зразків від тривалості витримки для трьох відповідних температур практично відповідає

картині, що ми спостерігали на рис. 4.1. Отримані результати для кінцевої стадії витримки для температур 850- 860°C навіть трохи краще, ніж у попередньому випадку, - об'ємна маса становить $0,15 \pm 0,02$ г/см³

На підставі рис. 4.6 і рис. 4.7 піноскло зі значенням об'ємної маси менше 0,2 г/см³ можна одержати:

- при температурі 840°C і тривалості витримки більше 4,7 хвилин;
- при температурі 850°C і тривалості витримки більше 4,4 хвилин;
- при температурі 860°C і тривалості витримки більше 3,0 хвилин.

Розбіжність із попередніми результатами становить не більше 30 секунд.

Важко оцінити ступінь адекватності того або іншого методу. Однак збіг результатів настільки гарний, що можна вважати: обидва методи підтверджують один одного.

4.2. Взаємодія піноскла з водою

Піноскло може в тім або іншому ступені адсорбувати вологу. Теплоізоляційне піноскло, що має закриту пористість, повинне відрізнятися мінімальним водопоглиненням. Оцінити ступінь взаємодії піноскла з водою можна по двох показниках:

- водопоглинення, %
- товщина поверхневої плівки, мм.

Другий показник набуває сенсу в тому випадку, якщо водопоглинення мале. Це свідчить про те, що вся вода, що адсорбується, втримується на поверхні й у межах 1-го, 2-ох зруйнованих шарів комірок. У цьому випадку можна оцінювати ефективну товщину просоченого зовнішнього шару.

4.2.1. Водопоглинення

У табл. 4.5 і табл. 4.6 наведені експериментальні й розрахункові дані по визначенню водопоглинення й товщини водяної плівки. Ці дані багато в чому повторюють дані, наведені в табл. 4.3 і табл. 4.4. Вони тільки доповнені величинами, необхідними для оцінки взаємодії піноскла з водою. Відмінність полягає в тому, що характеристики, що цікавлять, для часу витримки 5 хвилин не приводяться. Це пов'язане з тим, що до цього моменту ще не сформувалася замкнена пористість.

Таблиця 4.5. Експериментальні дані

Початкова маса зразка, г				Маса зразка після просочення, г				Маса адсорбованої вологи, г				
Температура, °C				Температура, °C				Температура, °C				
840 850 860				840 850 860				840 850 860				
Час витримки, хв	5	39,3	39,4	39,4	5				5			
	10	2,9	4,71	9,08	10	3,18	5,1	10,1	10	0,28	0,39	1,03
	15	7,33	6,85	18,15	15	7,89	7,72	21,6	15	0,56	0,87	3,45
	20	19,23	20,4	16,67	20	20,9	22,71	21,7	20	1,71	2,33	5,06
	25	18,88	18,9	15,2	25	21,1	23,18	21,1	25	2,23	4,25	5,88
	30	17,65	16,8	13,22	30	21,3	22,18	19,9	30	3,66	5,38	6,68

Час витримки, хв	Лінійні розміри, мм									Об'єм зразка, см ³			Поверхня зразка, см ²		
	Температура спінування, °C														
	840			850			860			840	850	860	840	850	860
	a	b	c	a	b	c	a	b	c	840	850	860	840	850	860
5										22,5	19,5	17,5	0	0	0
10	15	8	53	15	11	53	26	19	50	6,36	8,75	24,7	26,78	30,86	54,88
15	19	17	51	27	18	47	46	43	47	16,5	22,8	93	43,18	52,02	123,22
20	45	36	50	48	39	50	46	46	47	81	93,6	99,5	113,4	124,4	128,8
25	46	45	50	48	47	49	46	45	55	104	111	114	132,4	138,2	141,5
30	44	44	48	50	43	50	36	46	56	92,9	108	92,7	123,2	136	124,96

Таблиця 4.6. Розрахункові дані

Об'ємна маса, г/см ³				Водопоглинення, %				Товщина плівки, мм				
Температура, °C				Температура, °C				Температура, °C				
840 850 860				840 850 860				840 850 860				
Час витримки, хв	5	1,75	2,02	2,25	10	0,90	1,08	1,61	5			
	10	0,46	0,54	0,37	15	1,11	1,43	2,40	10	0,10	0,13	0,19
	15	0,44	0,30	0,20	20	1,29	1,60	3,37	15	0,13	0,17	0,28
	20	0,24	0,22	0,17					20	0,15	0,19	0,39

	25	0,18	0,17	0,13
	30	0,19	0,16	0,14

	25	1,44	2,64	3,56
	30	2,55	3,39	4,58

	25	0,17	0,31	0,42
	30	0,30	0,40	0,53

На рис. 4.8 наведена залежність водопоглинення піноскла від тривалості й температури спінювання у вигляді сімейства трьох кривих. Слід зазначити різний хід кривих для трьох температур. У всіх випадках крива для максимальної температури (860°C) проходить вище всіх інших, крива для мінімальної температури (840°C) проходить нижче всіх інших. Крива для проміжної температури (850°C) займає проміжне положення. На кінцевій стадії температурної витримки водопоглинення для 860°C становить близько 4,5%, для 850°C - близько 3,4%, для 840°C - близько 2,5%.

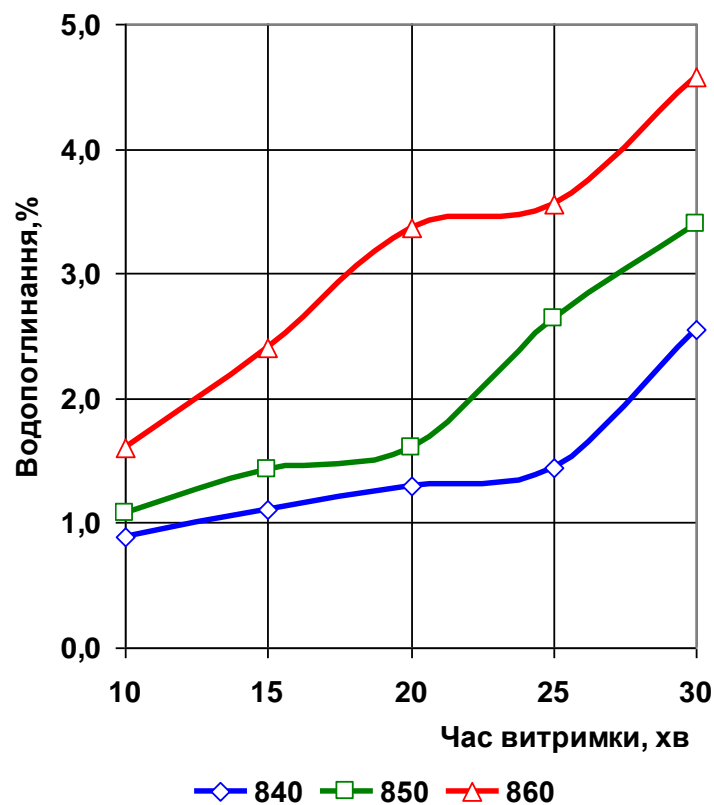


Рис. 4.8. Залежність водопоглинення піноскла від тривалості й температури

Більш високі значення водопоглинення при більшій температурі для будь-якого моменту часу може бути пояснене в такий спосіб.

Більшій температурі буде відповідати завжди й більший розмір пор. Якщо припустити (а воно так і є), що воду буде втримувати тільки 1-2 зовнішніх зруйнованих шарів пор, то, природно, більші пори збережуть у собі й більшу кількість води.

На рис. 4.9 показана проекційна діаграма водопоглинення як функція тривалості й температури витримки. Градація заливання - 1%. Як видно з рисунка, ізолінії водопоглинення орієнтовані приблизно під рівним кутом щодо часової й температурної осі. Це свідчить про те, що збільшенню водопоглинення рівною мірою й підвищенню температури й збільшенню тривалості. З погляду зменшення водопоглинення бажано було б зменшувати обидва ці параметра. Однак існує розумна межа. Оптимум по температурі й часу повинен вирішуватися комплексно разом з іншими параметрами. Слід зазначити, що навіть гірше значення водопоглинення в нашій випадку не перевищує 5%. А це значення допускається стандартами.

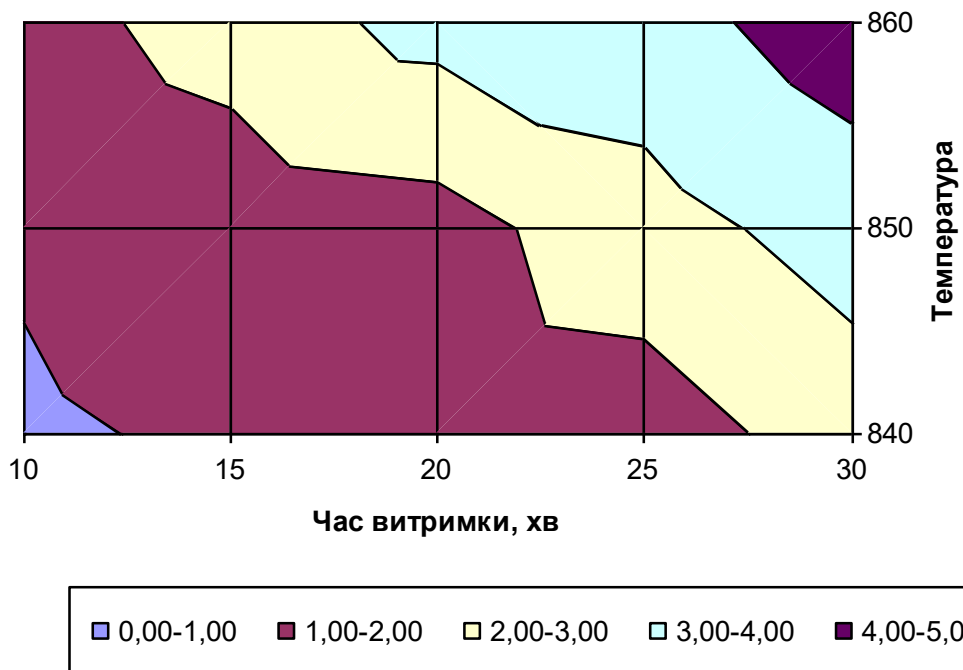


Рис.4.9. Залежність водопоглинення піноскла від тривалості й температури

На рис. 4.10. показано просторову діаграму у вигляді функціональної поверхні, що наочно ілюструє вищесказане.

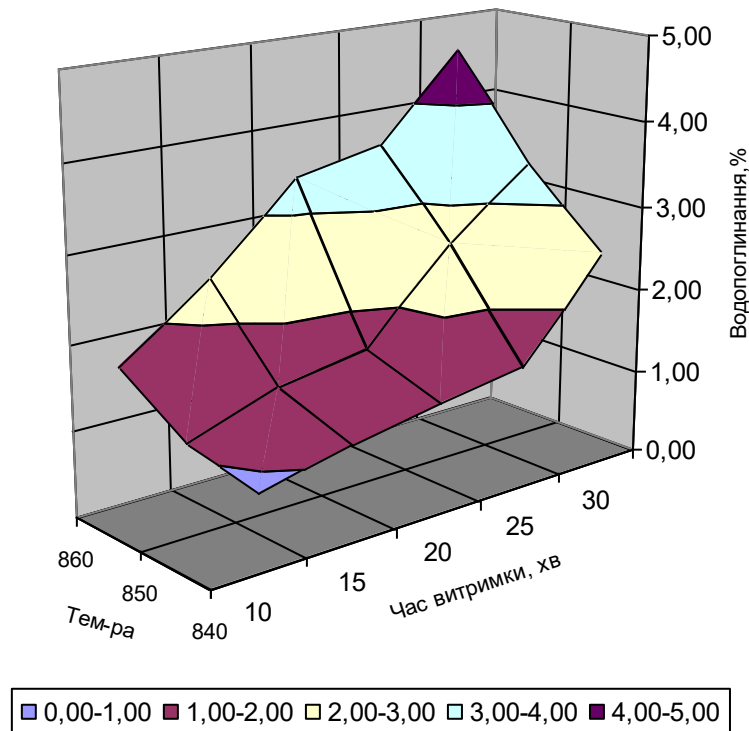


Рис. 4.10. Залежність водопоглинення піноскла від тривалості й температури

4.2.2. Ефективна товщина плівки

Якщо об'єм води, адсорбований зразком піноскла віднести до площі поверхні цього зразка, то одержимо величину, що здобуває смисл ефективної товщини зовнішнього просоченого шару (плівки). Відповідно до цього табл. 4.5 доповнена даними по площі поверхні зразків, а табл. 4.6 приводить значення цієї товщини в мм.

Графічні результати по цьому показнику наведені на рис. 4.11- 4.13. Методика подання результатів - аналогічна попередньої. Еволюція кривих і функціональних поверхонь для товщини плівки аналогічна відповідним кривим і поверхням для водопоглинення. Інакше й не могло б бути. Нам залишається лише констатувати, що товщина такої плівки в самому гіршому випадку не перевищує 0,6 мм. Це свідчить про те, що залишкова вода навіть не заповнює зовнішній зруйнований шар піноскла.

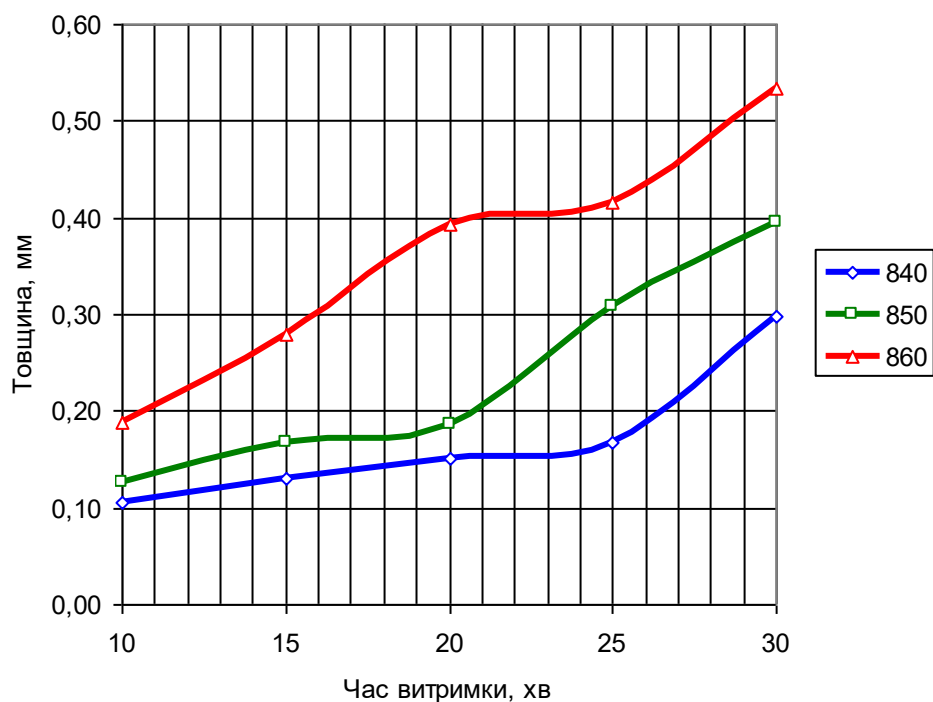


Рис. 4.11. Залежність ефективної товщини водної плівки від тривалості й температури

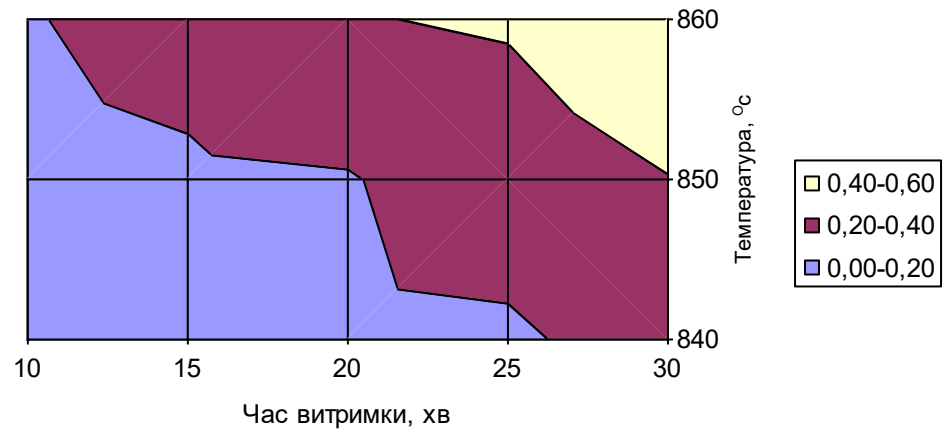


Рис. 4.12. Залежність ефективної товщини водяної плівки від тривалості й температури

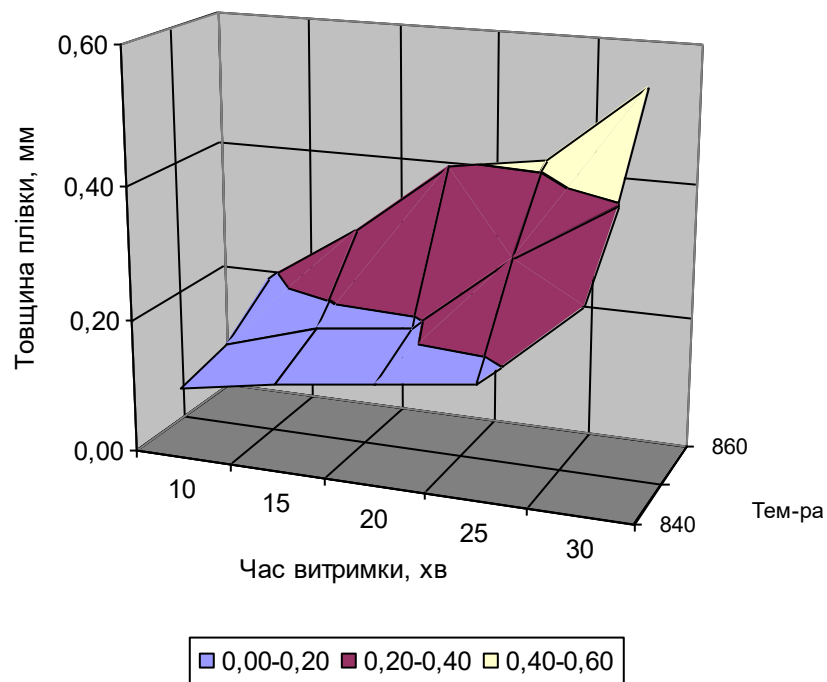


Рис. 4.12. Залежність ефективної товщини водяної плівки від тривалості й температури

4.3. Пористість

Пористість характеризується відносною частиною об'єму матеріалу, зайнятого порами (або об'ємом пор в одиниці об'єму матеріалу).

Розрізняють пористість істинну, закриту й відкриту. Відкрита пористість є водопоглинення. Закрита пористість - це різниця між істинною пористістю й відкритою пористістю. Істинна пористість у роботі була отримана розрахунковим шляхом по формулі (3.4). Результати розрахунків наведені в табл. 4.7.

Таблиця 4.7. Розрахункова пористість

		Температура, °C		
		840	850	860
Час витримки, хв	5	30,1	19,2	10,1
	10	81,8	78,5	85,3
	15	82,2	88	92,2
	20	90,5	91,3	93,3
	25	92,7	93,2	94,7
	30	92,4	93,7	94,3

Графічна залежність істинної пористості (далі просто пористість) від тривалості й температури спінування представлені на рис. 4.13- 4.15.

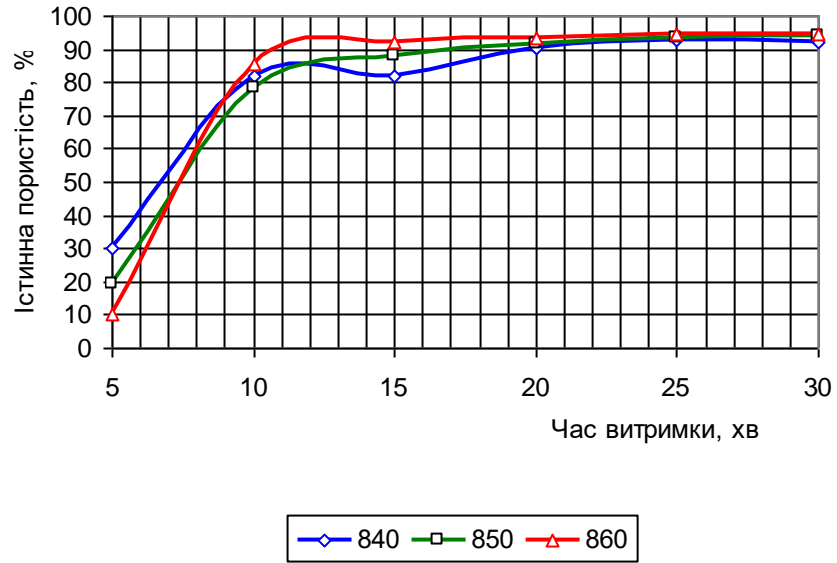


Рис. 4.13. залежність істинної пористості від тривалості й температури спінювання

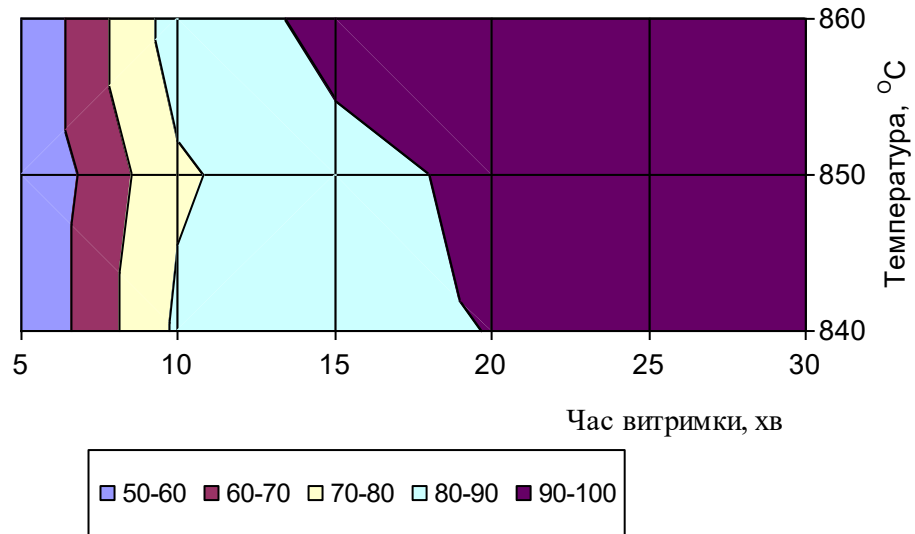


Рис. 4.14. залежність істинної пористості від тривалості й температури спінювання

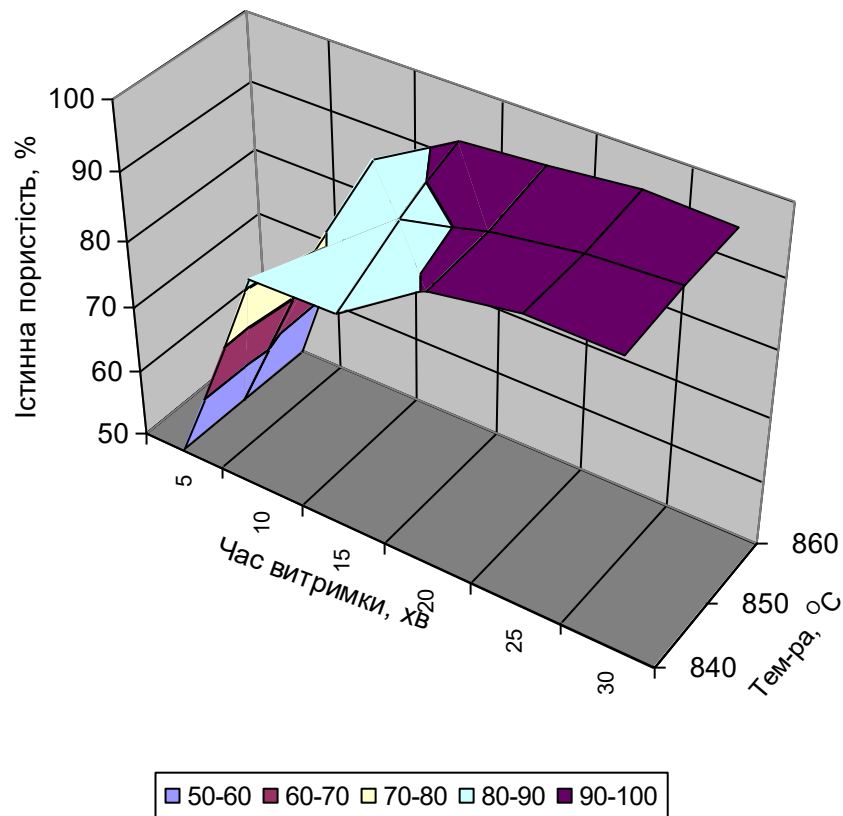


Рис. 4.15. Залежність істинної пористості від тривалості й температури спінювання

Як слідує з рисунків, пористість швидко зростає до 10-ї хвилини, потім її значення трохи стабілізується. Цілком природно, криві проходять тим вище, чим вище температура спінювання. Деяке зменшення пористості на заключному етапі для вищої температури 860°C може бути пояснене «захлопуванням» пор у зв'язку з більше низькою в'язкістю скломаси в цьому випадку.

Максимальна пористість, що може бути отримана, дорівнює 95%. Це може мати місце при температурі 860°C і тривалості витримки 25 хвилин.

З рис. 4.15 видно, що значення пористості, що перевищують 90% можуть бути отримані:

- при температурі 840°C і тривалості витримки більше 19 хвилин;

- при температурі 850°C і тривалості витримки більше 16 хвилин;
- при температурі 860°C і тривалості витримки більше 13 хвилин.

Просторова діаграма (рис. 4.15) наочно ілюструє дуже швидке зростання пористості на першому етапі спінювання.

4.4. Ударна в'язкість

Експериментальні дані по дослідженню ударної в'язкості наведені в табл. 4.8. Як було сказано в розділі 3. Енергія руйнування дослідних зразків (у Дж/см²) вимірялася на маятниковому копрі. Лінійні розміри зразків вимірялися штангенциркулем.

Таблиця 4.8. Експериментальні дані по дослідженню ударної в'язкості

		Енергія, Дж								
		Температура, °C								
		840		850		860				
Час витримки, хв	10	0,002	0,020	0,023						
	15	0,020	0,029	0,035						
	20	0,022	0,032	0,029						
	25	0,019	0,026	0,018						
	30	0,017	0,021	0,009						

		Лінійні розміри, мм						Перетин зразка, см ²		
		Температура спінювання, °C								
		840		850		860		840	850	860
Час витримки, хв		a	b	a	b	a	b			
	10	9,0	16,0	8,5	16,0	8,5	15,5	1,44	1,36	1,32
	15	9,0	16,0	9,0	15,5	9,0	16,5	1,44	1,4	1,49
	20	9,0	16,0	9,0	16,5	9,0	16,0	1,44	1,49	1,44
	25	8,5	15,5	9,0	16,5	9,0	16,5	1,32	1,49	1,49
30	9,0	16,0	9,0	17,0	10,0	18,0	1,44	1,53	1,8	

Результати розрахунку ударної в'язкості для різних температур і часу витримки наведені в табл. 4.9.

Таблиця 4.9. Розрахункові дані по дослідженню ударної в'язкості

		Температура, °C		
		840	850	860
Час витримки, хв	10	0,001	0,015	0,017
	15	0,014	0,021	0,024
	20	0,015	0,022	0,020
	25	0,014	0,018	0,012
	30	0,012	0,014	0,005

Залежність ударної в'язкості від температури й тривалості витримки показана на рис. 4.16 - 4.18. Графічна інтерпретація результатів наведена за попередніми схемами.

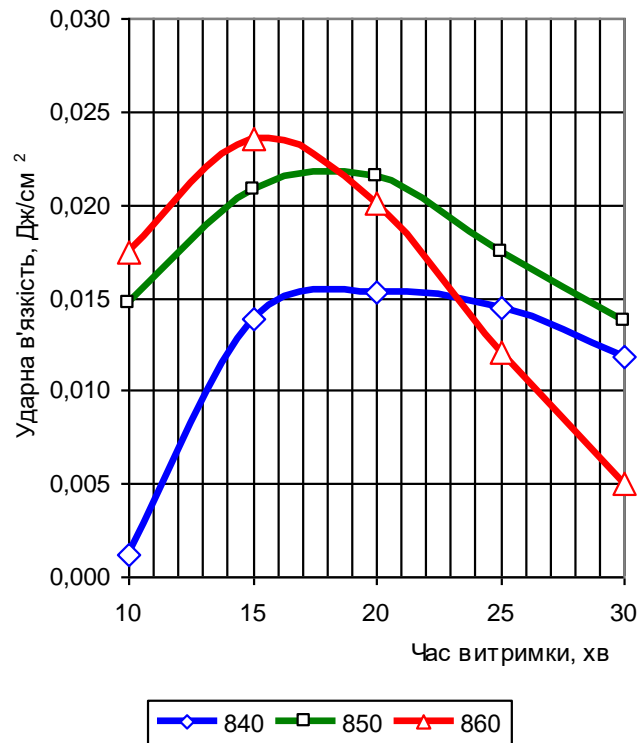


Рис. 4.16 Залежність ударної в'язкості від температури й тривалості витримки

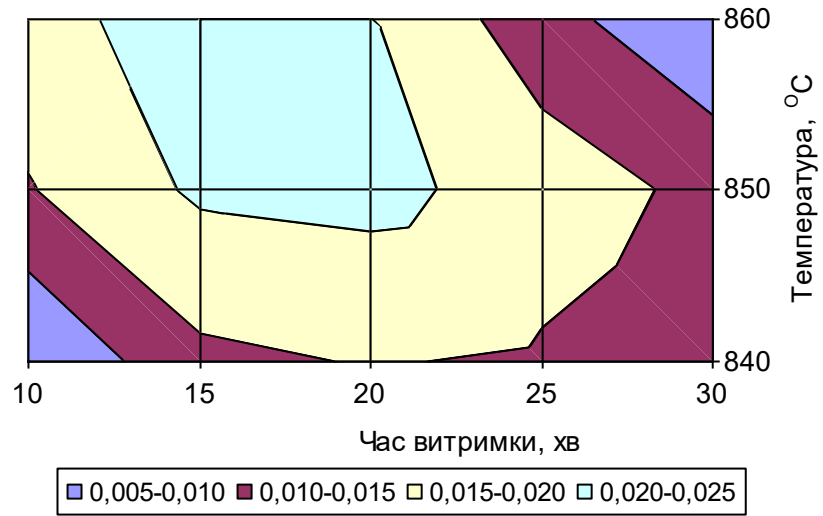


Рис. 4.17 Залежність ударної в'язкості від температури й тривалості витримки

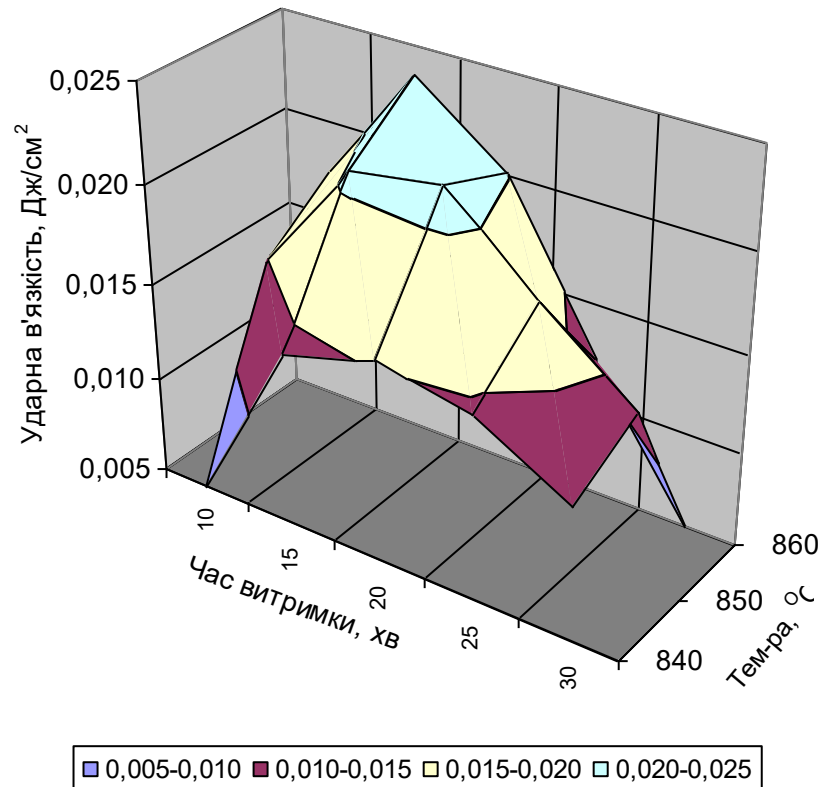


Рис. 4.18 Залежність ударної в'язкості від температури й тривалості витримки

З рисунків видно, що для всіх температур витримки ударна в'язкість спочатку наростає, досягаючи свого максимуму до 15-й – 20-й хвилині витримки, потім для всіх температур починає убувати. Для більшої температури (860°C) максимум досягається раніше. Для менших температур дослідженого діапазону максимум закономірно настає для більш пізнього часу.

Важливо відзначити, що найвище значення ударної в'язкості досягається для температури 860°C, однак незабаром починається стрімке падіння. До 25-ї хвилини цей показник стає найгіршим.

Найбільш стабільні й відносно гарні показники спостерігаються в зразків, що спінуються при температурі 850°C. Після 20-ї хвилини спінювання вже у всіх випадках спостерігається зниження ударної в'язкості, але в цьому випадку зберігаються найвищі значення. Більш високі й більш низькі температури спінювання, видимо, приводять до так званому «перепалу» і «недопалу».

З рис. 4.20 видно, що при температурі спінювання в принципі неможливо одержати значення ударної в'язкості більше 0,02 Дж/см².

З погляду досягнення оптимальних значень ударної в'язкості бажано процес спінювання робити при температурі 850°C і тривалості 20 хвилин, або при температурі 860°C і тривалості 15 хвилин.

4.5. Міцність на згин

Вихідні експериментальні дані по випробуванню зразків на міцність при вигині наведені в табл. 4.10. Результати розрахунку (по формулі 3.1) представлені в табл. 4.11.

Таблиця 4.10. Експериментальні дані (міцність на згин)

		Маса наважки, г			Навантаження, Н		
		Температура, °С			Температура, °С		
		840	850	860	840	850	860
Час витримки, хв	5	2000	6500	6000	58,8	191,1	176,4
	10	5000	8800	2800	147	259	82
	15	7000	3150	2800	206	93	82
	20	830	3980	1800	24	117	53
	25	2840	2050	1100	83	60	32
	30	2070	1100	100	61	32	3

		Лінійні розміри поперечного перерізу, мм						Довжина зразка між опорами 1, мм		
		Температура спінювання, °С								
		840		850		860		840	850	860
		δ	b	δ	b	δ	b			
Час витримки, хв	5	7	23	9	20	6	24	37	37	37
	10	17,0	17,0	12,0	21,0	10,0	22,0	23	35	37
	15	13,0	24,0	14,0	24,0	16,0	25,0	37	37	37
	20	7,0	18,0	17,0	26,0	17,0	21,0	37	37	37
	25	15,0	24,0	16,0	24,0	19,0	22,0	37	37	37
	30	17,0	25,0	17,0	23,0	7,0	17,0	37	37	37

Таблиця 4.11. Розрахункові дані (міцність на згин)

		Міцність на згин, МПа		
		Температура, °С		
		840	850	860
Час витримки, хв	5	2,896	6,55	11,3
	10	1,0	4,5	2,1
	15	2,8	1,1	0,7
	20	1,5	0,9	0,5
	25	0,9	0,5	0,2
	30	0,5	0,3	0,2

Графічна інтерпретація показана на рис. 4.19 - 4.21.

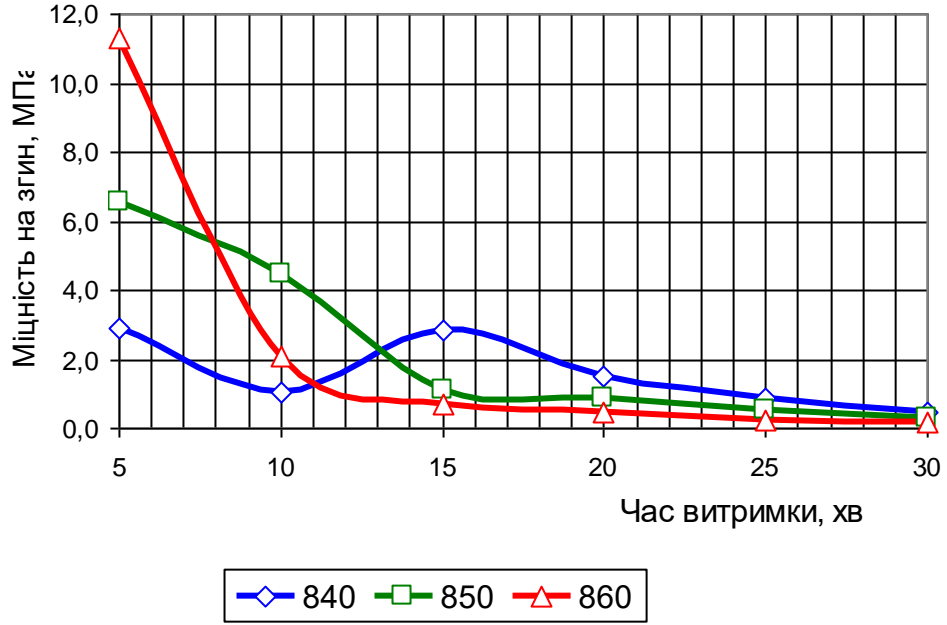


Рис. 4.19 Залежність міцності на згин від температури й тривалості витримки

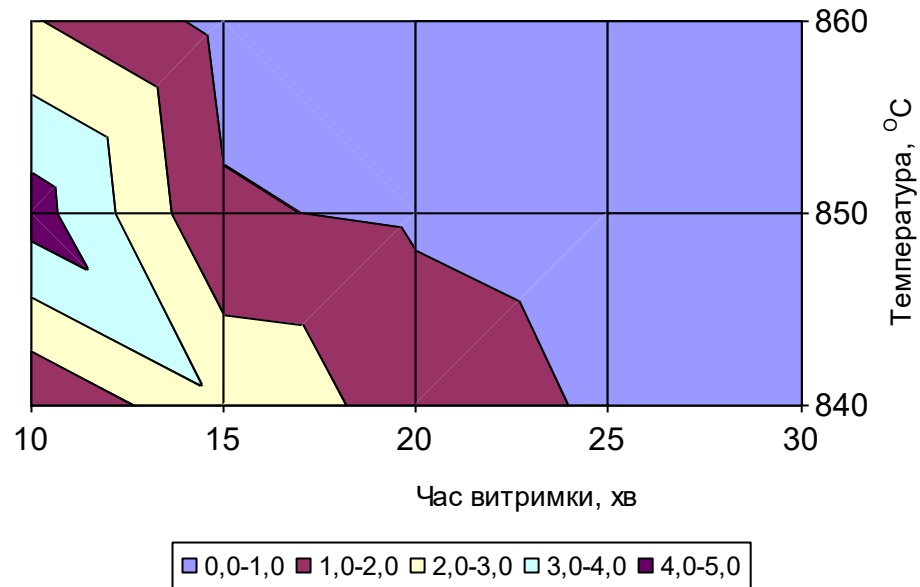


Рис. 4.20 Залежність міцності на згин від температури й тривалості витримки

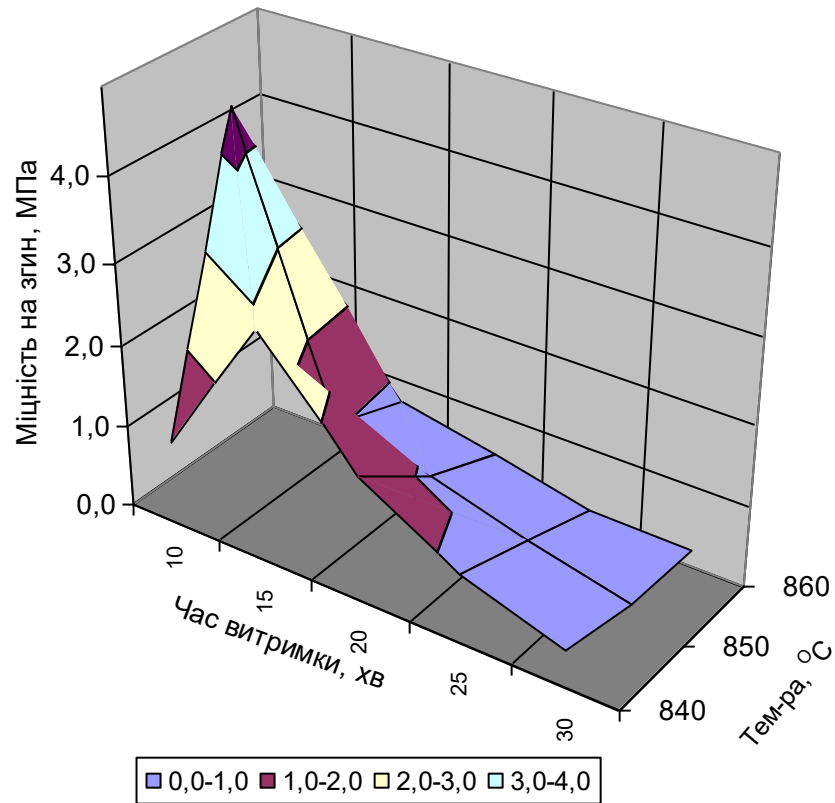


Рис. 4.21 Залежність міцності на згин від температури й тривалості витримки

Цілком логічно, що на початковій стадії спінювання найбільша міцність спостерігається для зразків, витриманих при максимальній температурі, досліджуваного інтервалу - 860°C. Зі зниженням температури міцність закономірно знижується. Це все спостерігається на стадії омонолічування матеріалу. Чим вище температура, тим глибше проходить спікання, тим менше пористість і тим міцніше матеріал.

Але ця початкова стадія не представляє практичного інтересу, оскільки ще не сформована необхідна ніздрювата структура. Для можливого часового інтервалу спінювання, після 15-ї хвилини картина істотно змінюється. Криві для вищої й нижчої температури міняються місцями. Найкращі показники, з

погляду міцності на вигин, мають зразки, що спінюються при 840°C. Гірші показники - для температури 860°C.

Можна відзначити, що дані результати для температур 840°C і 850°C не корелюють із аналогічними даними по ударній в'язкості. Але це не повинно насторожувати, тому що це зовсім різні характеристики міцності. Ударна в'язкість відображає крихкість матеріалу. Матеріал може бути досить міцним, але в той же час відносно крихким, що й спостерігається для 840°C.

Якщо врахувати, що відповідно до стандартів міцність на вигин повинна бути не менш 0,4 МПа, то можна вважати прийнятними: температуру 840°C для будь-якої тривалості витримки, аж до 30 хвилин; температуру 850°C, але при тривалості не більше 27 хвилин.

4.6. Структура пор піноскла

Як видно з попередніх досліджень, вплив температурно-часового фактора на експлуатаційні властивості піноскла в більшості випадків різноплановий. Певна зміна температури або часу може поліпшувати одні властивості й одночасно погіршувати інші. Виграючи в одному випадку, ми програємо в іншому. Можна сказати, що повинна бути вирішена типова задача по оптимізації по двох параметрах.

За методикою, описаною в розділі 3.2 було отримано 18 зразків з різними температурами й тривалістю витримки. Отримані зразки після відпалу розпилювалися по середньому перетину й аналізувалися візуально. Сканограми наведені на рис. 4.22.

При витримці 5 хвилин для всіх температур спостерігається спікання й істотне оплавлення матеріалу. Розпилюванню зразки не піддаються. На рисунку наведене зображення нижньої поверхні. Поверхня зразків тріщинувата, складчаста. Пористість практично відсутня.

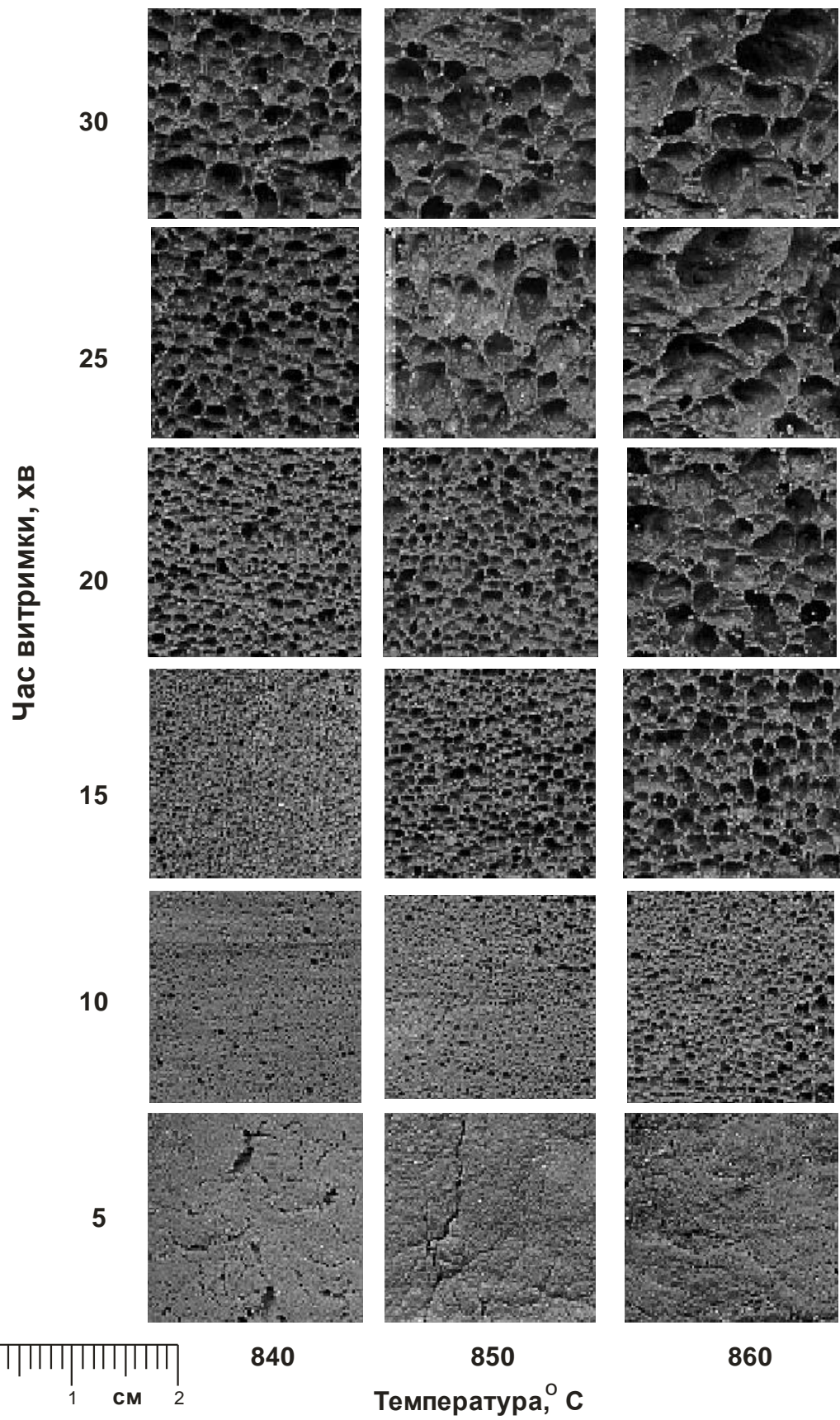


Рис. 4.22 Залежність структури пор піноскла від температури й тривалості витримки

При витримці 10 хвилин вже помітний вплив температури випалу. При 840°C- 850°C матеріал ще залишається без пористим, при 850°C уже помітно поява ніздрюватої структури. У більшій частині об'єму пори дуже дрібні. Помітні одиничні пори розміром до 1- 2 мм.

При витримці 15 хвилин для 840°C спостерігається та ж картина, що й у попередньому випадку. Пори дуже дрібні. Помітні одиничні пори розміром до 1-2 мм. Для температури 850°C можна констатувати досить рівномірну пористість. Розміри пор у більшості випадків не перевищують 2-х міліметрів. При 850°C уже домінують пори розміром 2-3 мм. Помітні сполучені пори.

При витримці 20 хвилин для 840°C спостерігається досить гарна пориста структура. Пори розміром не більше 2-3 міліметрів. Для температури 850°C можна констатувати гарну рівномірну пористість. Розміри пор не перевищують 3-х міліметрів. При 850°C уже з'являються пори розміром більше 5 мм. Істотно представлені сполучені пори.

При витримці 25 хвилин для 840°C спостерігається досить рівномірна структура. Істотна частка пор розміром більше 2-мм, однак вони не перевищують 5 мм. При 850°C вже з'являється безліч пор розміром більше 5 мм (до 7мм). Спостерігаються сполучені пори. Підвищення температури до 850°C ще більше погіршує результат. Структура стає великопористою, кавернозною.

При витримці 30 хвилин для всіх температур також спостерігається «перепал». Найбільшою мірою він проявляється при температурі 850°C.

Проміжні висновки

Одержані зразки вивчалися в першу чергу візуально на предмет геометрії і структури комірок. Пори за стандартами повинні мати розмір від двох і більше міліметрів. Допускаються поодинокі пори розміром 5 мм. Таким вимогам відповідають зразки, що отримані: при температурі 840°C при терміні витримки 20 хвилин, при температурі 850°C при терміні витримки 15 -20 хвилин, при температурі 860°C при терміні витримки 15 хвилин.

Геометрія і структура пір визначають об'ємну масу виробу. Найкращі зразки піноскла повинні мати об'ємну масу, що не перевищує $0,2 \text{ г/см}^3$.

Як було встановлено, прийнятні значення об'ємної маси можуть бути отримані: при температурі 840°C при витримці більш за 24 хвилини, при температурі 850°C при витримці більш за 22 хвилини, при температурі 860°C при витримці більш за 15 хвилин.

Геометрія і структура пір також визначають водопоглинання виробу. Завжди бажано мати мінімальне водопоглинання. Стандарти вимагають, щоб ця величина не перебільшувала 5%. Як слідує з рисунків, всі комбінації температурно-часових параметрів задовольняють зазначеним вимогам. Певне зростання водопоглинання спостерігається при перебільшенні часу витримки 20-25 хвилин.

Вироби з піноскла повинні мати певну механічну міцність для їх транспортування і монтажу, хоч під час експлуатації вони не несуть статичного навантаження. Оптимум буде відповідати температурі $(855\pm 5)^\circ\text{C}$ і часу витримки 20 ± 2 хвилини.

Пошук оптимальних параметрів виготовлення піноскла призвів до наступних результатів.

Температура спінювання: $(855\pm 5)^\circ\text{C}$, тривалість витримки: 20 ± 2 хвилини.

Підсумкові характеристики піноскла в залежності від температури і часу витримки наведені в табл. 4.12

Міцність на згин, МПа

	Температура, °С	
	840	860
Час витримки, хв	5	6,5
	10	4,5
	15	1,1
	20	0,9
	25	0,5
	30	0,3

Об'ємна маса, г/см³

	Температура, °С	
	840	860
Час витримки, хв	5	1,75
	10	0,46
	15	0,44
	20	0,24
	25	0,18
	30	0,19

Пористість, %

	Температура, °С	
	840	860
Час витримки, хв	5	30,1
	10	81,8
	15	82,2
	20	90,5
	25	92,7
	30	92,4

Водопоглинання, %

	Температура, °С	
	840	860
Час витримки, хв	5	-
	10	0,90
	15	1,11
	20	1,29
	25	1,44
	30	2,55

Ударна в'язкість, Дж/см²

	Температура, °С	
	840	860
Час витримки, хв	5	-
	10	0,001
	15	0,014
	20	0,015
	25	0,014
	30	0,012

Таблиця 4.12. Підсумкові характеристики піноскла в залежності від температури і часу витримки

5 ВПЛИВ ХІМІЧНИХ ДОБАВОК НА КІНЕТИКУ СПІНЮВАННЯ

5.1 Схема проведення експерименту

Всі експерименти проводилися в ідентичних умовах (температурних, часових), маса шихти в усіх випадках була однаковою. Відмінність в експериментах полягала лише в добавці.

Тривалість випалу складала 30 хвилин. Після 15 хвилин форма поверталася на 180° для запобігання асиметрії термічного впливу. Бік форми, звернений до тильної стінки порожнини печі гріється сильніше, ніж бік, звернений до дверцят печі. Під час повернення форми знімається кришка. До цього моменту зникає ризик вигорання добавки, що містить вуглець, а кришка, у випадку гарного спінювання (за межі верхнього зрізу форми) може спотворити конфігурацію спіненого виробу.

Після наступних 15 хвилин форма витягається з печі, злегка охолоджується для стабілізації піни, і далі поміщається в муфельну піч відпалу.

Відпал у даній серії експериментів грав другорядну роль. Він проводився лише для того, щоб одержати можливість витягу зразка з форми і наступного його розпила без руйнації зразка.

Відпал здійснювався в ході довільно охолодження муфельної печі відпалу, попередньо розігрітої до температури порядку $(550-600)^\circ\text{C}$.

Після охолодження форм зразок витягався. Далі витягнутий зразок розпилювався по середині у вертикальній площині. Вивчалася: структура піноскла в отриманому перетині; ступінь спінювання і прогнозована об'ємна маса. Шляхом візуального вивчення структури пір робилися висновки щодо ефективності використання тієї або іншої добавки.

Добавки можуть сприяти спінюванню, якщо вони:

- 1 - змінюють кінетику пороутворення (теоретично можуть бути речовини, що: змінюють в'язкісні характеристики основного скла (скляної матриці); змінюють поверхневий натяг основного скла - поверхнево активні;
- 2 - самі є газоутворювачами;
- 3 - змінюють адгезивні властивості в системі частинок: скло - антрацит;
- 4 - продукують деструкцію поверхні скла, полегшуючи тим самим взаємодію вуглецю антрациту зі склом.

Очевидно, що такий вплив може робити або сама добавка, або продукти її дисоціації.

Добавки, що вводяться та їх передбачувана функціональна роль показані в табл.5.2.

У ході виконання роботи було виконано 17 експериментів і отримана відповідна кількість зразків.

Добавки і методи їхнього уведення

Зразок №1. Добавки не вводилися - еталон.

Зразок №2. Добавка 5% природного перліту.

Зразок №3. Добавка 30% природного перліту.

Зразок №4. Добавка 4% природного перліту з 2% ГКЖ.

Зразок №5. Добавка 2% гідрофобного спученого перліту.

Зразок №6. Добавка - ГКЖ-94. Готувалася водяна емульсія в співвідношенні 1/9. (1 г ГКЖ-94 + 9 г води). Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 2 мл цієї емульсії. Кількість добавки складала 0,5%.

Зразок №7. Добавка - ГКЖ-94. Готувався розчин ГКЖ-94 у керосині в співвідношенні 1/9. (1 г ГКЖ-94 + 9 г гасу). Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 2 мл цього розчину. Кількість добавки складала 0,5%.

Зразок №8. Добавка - ГКЖ-94. Введено 2 г. При щільності ГКЖ-94 (рідина) приблизно рівної 1 г/см^3 це відповідає 2 мл. Наважка шихти старанно розтиралася з рідкою добавкою в порцеляновій ступці. Кількість добавки складала 5%.

Таблиця 5.1 – Уведені добавки і їх функціональна роль

№	Добавка	Зміна в'язкості	Зміна поверхневого	Газоутворювач	Зміна адгезії, модифікація	Деструкція
1	Еталон (без добавок)					
2	5% природного перліту			✓		
3	30% природного перліту			✓		
4	4% природного перліту + 2% ГКЖ-94			✓	✓	
5	2% гідрофобного спученого перліту			✓	✓	
6	0,5% ГКЖ-94 на водяній емульсії			✓	✓	
7	0,5% ГКЖ-94 у розчині керосину			✓	✓	
8	5% ГКЖ-94			✓	✓	
9	2% силікату натрію розчинного Na_2SiO_3	✓				
10	1% розчину сульфату натрію Na_2SO_4	✓	✓	✓		
11	1% крейди CaCO_3	✓		✓		
12	1% PbO	✓				
13	1% FeO	✓				
14	0,5% кремнефтористого натрію Na_2SiF_6					✓
15	1% біхромату амонію $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	✓	✓	✓		
16	1% розчину борної кислоти H_3BO_3	✓	✓	✓		
17	1% бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	✓				

Зразок №9. Добавка 2% силікатного клею. Наважка шихти старанно розтиралася з рідкою добавкою в порцеляновій ступці. Потім висушувалася в сушильній шафі і знову розтиралася.

Зразок №10. Добавка - сульфат натрію. Готувався насичений розчин 0,4 г сульфату натрію у воді. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з цим розчином. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №11. Добавка - крейда. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 0,4 г порошку крейди. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №12. Добавка - оксид свинцю. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 0,4 г порошку оксиду. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №13. Добавка - оксид заліза. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 0,4 г порошку оксиду. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №14. Добавка кремнефтористий натрій. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з 0,4 г порошку кремнефтористого натрію. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №15. Добавка - біхромат амонію. Готувався насичений розчин 0,4 г біхромата амонію у воді. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з цим розчином. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №16. Добавка - борна кислота. Готувався насичений розчин 0,4 г борної кислоти у воді. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з цим розчином. Кількість добавки складала 1,0%.

Зразок №17. Добавка - бура. Готувався насичений розчин 0,4 г бурі у воді. Наважка шихти в порцеляновій ступці старанно розтиралися з цим розчином. Кількість добавки складала 1,0%.

Опис зразків

Скановані зображення середніх вертикальних перетинів зразків наведені на рис. 5.1-5.3. Масштаб 1/1. По вертикалі розмір сканованих фрагментів відповідає максимальній висоті зразка. По горизонталі розмір у усіх випадках складав 3 см.

Зразок №1. Структура дрібнопориста, однорідна. Розмір пір не перевищує 2 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - $0,21 \text{ г/см}^3$.

Зразок №2. Структура крупнопориста, однорідна. Розмір пір до 4 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - $0,17 \text{ г/см}^3$. Низька тривкість Зразок зруйнувався і викришився при розпилі.

Зразок №3. Спінювання дуже погане. Є горизонтально орієнтована порожнина.

Зразок №4. Структура гарна, дрібнопориста, але спінювання недостатнє.

Зразок №5. Структура гарна. Пористість задовільна. Гадана об'ємна маса - $0,18 \text{ г/см}^3$

Зразок №6. Структура дрібнопориста. У середній частині переважають більш значні пори, в одиничних випадках їхній розмір досягає 3 мм. Для периферійної частини більш характерні дрібні пори. Поверхневий прошарок, місцями на достатню глибину - світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - $0,15 \text{ г/см}^3$.

Зразок №7. Структура дрібнопориста. У середній частині переважають більш значні пори, в одиничних випадках їхній розмір досягає 3-4 мм. Поверхневий прошарок, місцями на достатню глибину - світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - $0,14 \text{ г/см}^3$.

Зразок №8. Структура дуже дрібнопориста, однорідна. Розмір пір не перевищує 1 мм. Поверхневий прошарок темний. Гадана об'ємна маса - $0,25 \text{ г/см}^3$.

Зразок №9. Структура гарна. Пористість задовільна. Гадана об'ємна маса - $0,20 \text{ г/см}^3$

Зразок №10. Структура грубопориста, неоднорідна. Розмір деяких пір перевищує 20 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,18 г/см³.

Зразок №11. Структура грубопориста, неоднорідна, кавернозна. Розмір одиночної порожнини по максимальному розмірі досягає 40 мм. Поверхневий прошарок і область каверн - світлі, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,14 г/см³.

Зразок №12. Структура достатньо дрібнопориста в периферійній зоні. У середній частині - грубопориста, кавернозна. Сполучені каверни розташовані в середній частині зразка. Розмір порожнин каверн досягає 10 мм. Гадана об'ємна маса - 0,15 г/см³.

Зразок №13. Структура грубо пориста, кавернозна. Сполучені каверни розташовані в середній частині зразка. Мають світлий колір. Розмір порожнин каверн досягає 10 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,15 г/см³.

Зразок №14. Структура - середньо пориста. У середній частині зразка є одиничні пори, що досягають 3 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,15 г/см³.

Зразок №15. Структура надзвичайно дрібнопориста. Розмір пір не перевищує 0,5 мм. Поверхневий прошарок на глибину до 5 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,5 г/см³.

Зразок №16. Структура дрібнопориста, однорідна. Розмір пір не перевищує 2 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,21 г/см³.

Зразок №17. Структура - середньо пориста. У середній частині зразка пори витягнуті по вертикалі мають довжину до 3-4 мм. Поверхневий прошарок на глибину 1-3 мм світлий, що свідчить про часткове вигорання антрациту. Гадана об'ємна маса - 0,15 г/см³.

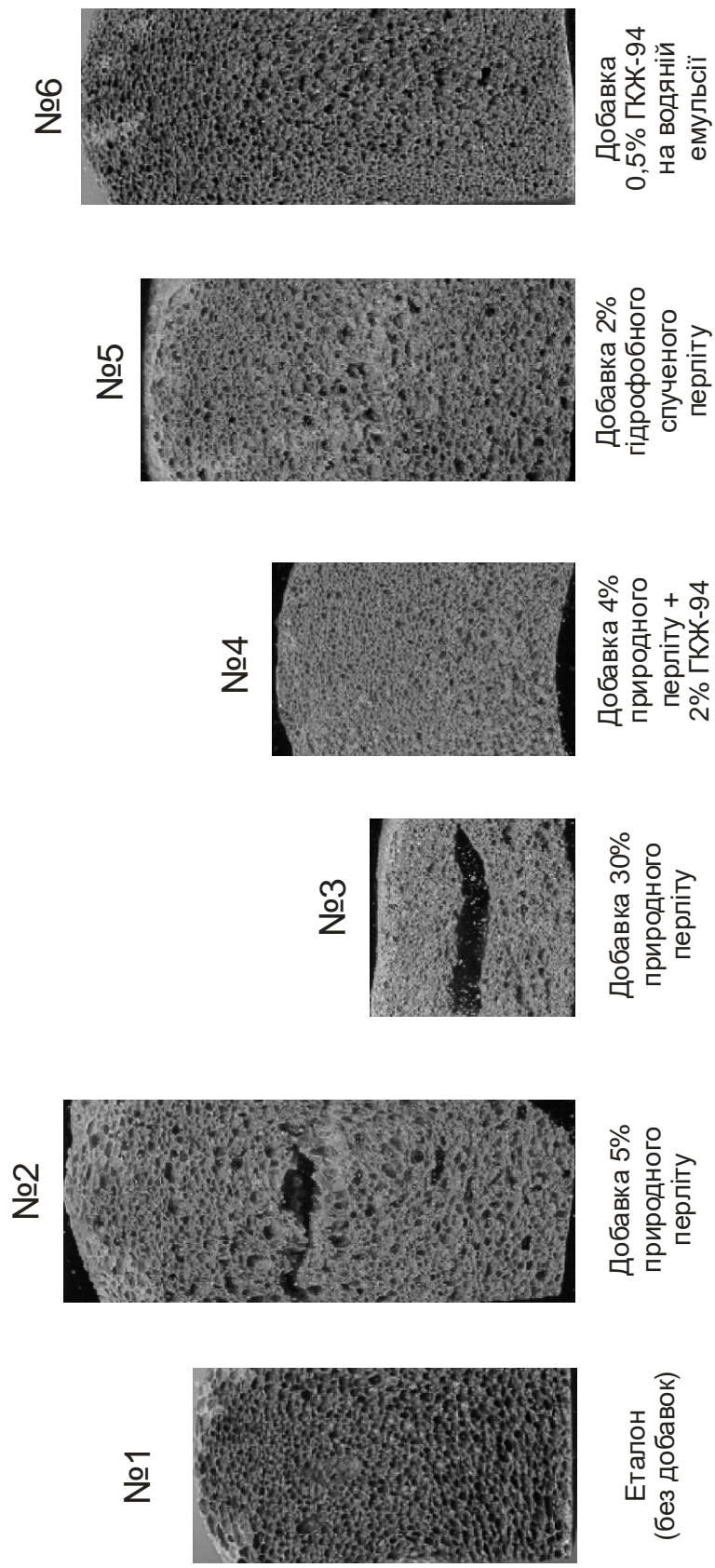


Рис.5.1. Вплив хімічних добавок на процес спінування (зразки 1-6)

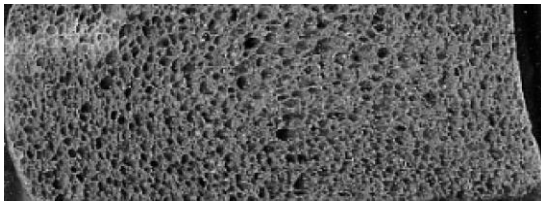
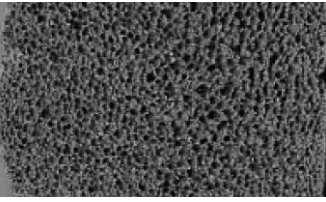
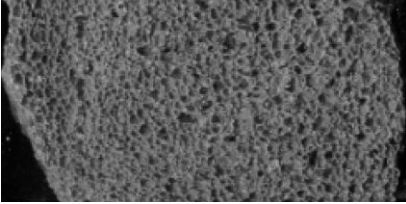
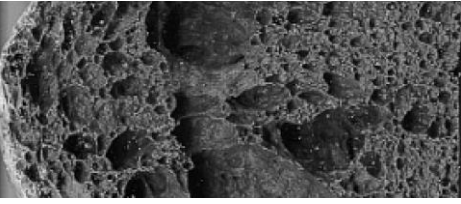
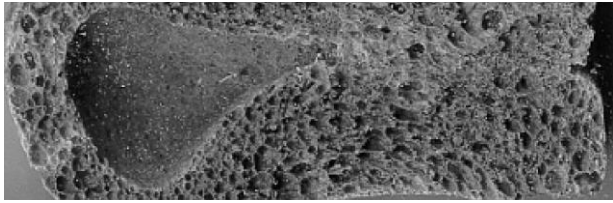
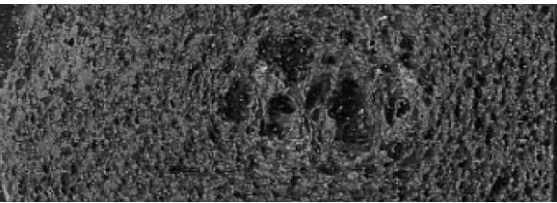
№7		Добавка 0,5% ГКЖ-94 у розчині керосину
№8		Добавка 5% ГКЖ-94
№9		Добавка 2% силікату натрію розчинного
№10		Добавка 1% розчину сульфату натрію
№11		Добавка 1% крейди
№12		Добавка 1% PbO

Рис. 5.2 Вплив хімічних добавок на процес спінювання (зразки 7-12)

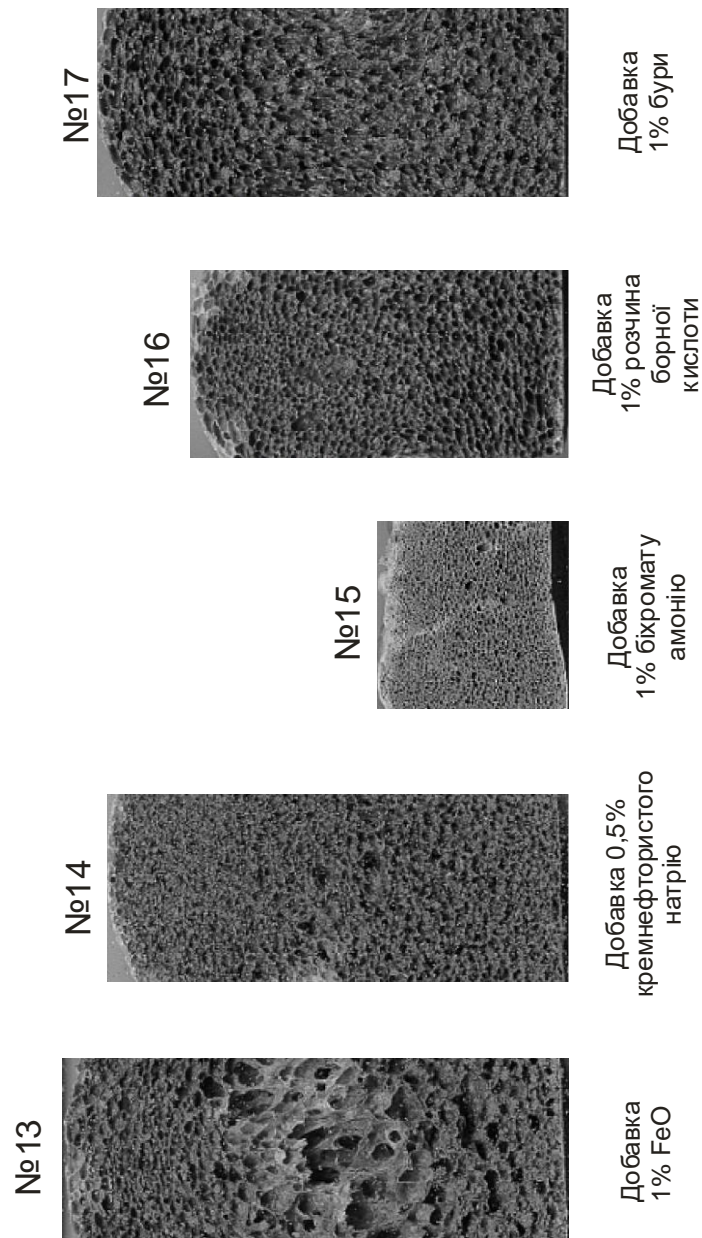


Рис. 5.3 Вплив хімічних добавок на процес спінювання (зразки 13-17)

Проміжні висновки

Методом проб і помилок вивчений вплив різноманітних хімічних добавок на процес спінювання. Дано рекомендації по оптимізації хімічного складу.

На процес спінювання піноскла позитивний вплив зробили такі добавки: гідрофобний спучений перліт, ГКЖ-94, борна кислота, бура, кремнефтористий натрій. Подальші дослідження варто проводити саме з цими добавками.

Гідрофобізуюча кремнійорганічна рідина (ГКЖ-94) має лінійні молекули із силоксановим зв'язком. З однієї сторони ці молекули мають ліофільні групи, за рахунок яких виникає гарна адгезія до скла. З іншої боку ці молекули мають ліофобні органічні радикали, у яких спостерігається гарна адгезія до речовини, що містять вуглець (антрациту). В результаті полімеризації цих молекул на поверхні частинок скла виникає мономолекулярний прошарок кремнеорганіки, що на протилежному боці міцно утримує частинки антрациту. Це, як видно, забезпечує дуже гарний контакт скла з газоутворювачем на початковій стадії спінювання. Крім того, при високих температурах кремнеорганіка сама починає розпадатися. Органічні радикали є додатковим джерелом газів.

Борна кислота, що вводиться у виді розчину, забезпечить рівномірне покриття частинок скла. При нагріванні борна кислота розпадається на оксид бора і воду. Оксид бора є легкоплавкою сполукою. З'являючись у виді розплаву між ще не спеченими частинками скла він на ранній стадії герметизує систему. Тим самим запобігає передчасному вигорянню вуглецю. Крім того оксид бора понижує в'язкість скла, що полегшує ріст пухирів. Вода, що виділяється, може стати зародкоутворювачем майбутніх пухирів, утворених добавкою, що містить вуглець.

Механізм дії бури, як видно, подібний до попереднього випадку. Відмінність складається лише у відсутності води. Проте у випадку бури з'являється в результаті дисоціації ще оксид натрію, що посилює загальну флюсууючу дію.

Кремнефтористий натрій, як відомо, може робити істотну деструкцію силікатних стекл. Іон фтору може заміщати іон водню в штахеті скла. Кисень, що звільняється, у цьому випадку легше буде з'єднуватися з вуглецем, створюючи газоподібні оксиди CO і CO₂. Це у свою чергу збільшить кількість газових умикань.

5.2 Інноваційний менеджмент

Протягом останніх десятиліть у ряді країн було зареєстровано близько 60 патентів на різні способи виробництва піноскла.

Піноскло є композиційним матеріалом зі скляною матрицею і газовими включеннями у вигляді замкнених комірок. В даний час більшість ізоляційних матеріалів не мають комплексних властивостей, що відповідають вимогам експлуатації, і тому мають обмежене застосування. А завдяки вдалому поєднанню унікальних властивостей, піноскло - найбільш перспективний теплоізоляційний матеріал, виробництво якого починає відроджуватися.

Особливості структури та значення теплофізичних властивостей піноскла ставлять його в ряд найбільш сучасних ізоляційних матеріалів. Важливою перевагою піноскла в порівнянні з деякими природними і штучними матеріалами є його неорганічний склад і низьке водопоглинання. Замкнутість комірок виключає проникнення вологи у внутрішні шари матеріалу і забезпечує постійність фізичних властивостей, дозволяючи застосовувати піноскло в широкому інтервалі температур (від мінус 200°C до плюс 400°C). Це забезпечує високу стійкість проти гнилі, мікроорганізмів, впливу високих температур і більшості хімічних реагентів, усуває можливість корозії. Морозостійкість піноскла допускає тривале його застосування на відкритому повітрі.

Така властивість піноскла, як довговічність, тобто здатність протистояти впливу різноманітних факторів протягом тривалого часу, дозволяє реалізувати основний принцип вибору і використання теплоізоляційного матеріалу - довговічність утеплювача повинна бути рівною довговічності матеріалу, який використовувався при будівництві того чи іншого об'єкта. Це є безсумнівним доказом того, що даний матеріал не має конкуренції.

Завдяки своїм унікальним характеристикам, піноскло зарекомендувало себе як економічний утеплювач, що дозволяє значно знизити вартість матеріальних і трудових витрат.

Основною перешкодою широкої організації виробництва піноскла стало відсутність надійної технології, яка б забезпечувала отримання матеріалу з заданими і постійними властивостями, що відповідають вимогам виконання ізоляційних робіт. Відсутність технології та типового обладнання стримували розвиток потужностей з виробництва піноскла, в результаті чого його собівартість тривалий час залишалася досить високою. Тільки за рахунок впровадження більш раціональної технології виробництва собівартість 1 м³ піноскла знизилася на 35-40%.

В роботі дослідженні фізико-хімічні процеси, що відбуваються в сировинній суміші при термічній обробці. Вивчено вплив різноманітних хімічних домішок на процес спінювання. Надані рекомендації по оптимізації хімічного складу вихідної шихти.

Надані практичні рекомендації щодо температурного режиму виготовлення піноскла. Результати лабораторних досліджень екстрапольовані на промислові умови. Зроблено розрахунок основних параметрів промислового агрегату – печі спінення.

1. Патентно-конкурентоспроможні результати.

Знайдені раніше невідомі хімічні добавки, які поліпшують процес спінення і експлуатаційні характеристики кінцевого продукту.

2. Порівняння зі світовими аналогами.

Покращені наступні експлуатаційні характеристики: водопоглинання, теплоізоляційні властивості. Суттєво менша вартість.

3. Економічна привабливість розробки для просування на ринок, впровадження та реалізації, показники, вартість.

Як основний компонент шихти використовується склобій (більш за 98%). Його утилізація розв'язує в певній мірі екологічні проблеми.

Для виготовлення такого матеріалу істотно знижена кількість сировинних матеріалів. Будівельні деталі з таких матеріалів мають меншу вагу, що дозволяє полегшувати також і несучі конструкції будівель і споруд.

Таке застосування відповідає розв'язанню актуальної проблеми ресурсозбереження.

Ринкова вартість 1 м^3 - \$400 (світові ціни). Собівартість запропонованого продукту (по двох статтях: сировина і паливо) - \$32.

ВИСНОВКИ

В останні роки в зв'язку із підвищеними вимогами до якості конструкційних будівельних матеріалів спостерігається підвищений інтерес до піноскла. Цей матеріал - чудовий теплоізолятор. Він негорючий, при пожежі і нагріванні не виділяє токсичних речовини. Він інертний, довговічний, не піддається біокорозії, не пошкоджується гризунами.

Процес одержання піноскла заснований на швидкому інтенсивному нагріванні вихідної шихти, що складається з меленого скла і антрациту. При цьому мають місце складні фізико-хімічні і тепло-масообмінні процеси. Якість кінцевого виробу багато в чому залежить від оптимальності температурно-часових параметрів випалу.

Методом ДТА і ТГА вивчені фізико-хімічні процеси, що відбуваються в шихті при термічній обробці. Термоградієнтним методом вивчена кінетика спінювання шихти. Методом волюмометрії вивчена динаміка спінювання шихти.

В роботі показана й інтерпретована залежність технологічних параметрів виробництва піноскла від природи основної (матричної) речовини і газоутворювача.

Виявилось, що на структуру піноскла, і як наслідок, на експлуатаційні характеристики кінцевого продукту найбільший вплив мають температура витримки і її тривалість. Для їх визначення була проведена серія експериментів, в яких варіювалися температура і час випалу. Спінювання шихти проводилося в сталевих кюветах кубічної форми. Час витримки змінювався в інтервалі: 5...30 хвилин, температура – в інтервалі 840...860°C. Встановлено, що оптимум буде відповідати температурі (855±5) °C і часу витримки – приблизно 20 хвилини. Саме за таких умов структура піноскла – дрібнокоміркова.

Зроблений пошук спеціальних домішок, спроможних інтенсифікувати процес спінення, поліпшити експлуатаційні характеристики кінцевого продукту.

Для цього вивчений вплив різноманітних хімічних добавок на процес спінювання. Добавки вибиралися за принципом їх функціональності: вони змінюють кінетику пороутворення (речовини, що змінюють в'язкісні характеристики скляної матриці); змінюють поверхневий натяг основного скла - поверхово активні; самі є газоутворювачами; змінюють здатність до адгезії в системі частинок: скло - антрацит; викликають деструкцію поверхні скла, полегшуючи тим самим взаємодію вуглецю антрациту зі склом.

Надані рекомендації по оптимізації хімічного складу. Встановлено, що на процес спінювання піноскла позитивний вплив зробили такі добавки: гідрофобний спучений перліт, гідрофобізуюча кремнійорганічна рідина ГКЖ-94, H_3BO_3 , $Na_2B_4O_7$ Na_2SiF_4 . Надана інтерпретація їх функціональної ролі. Вони можуть бути рекомендовані для промислового впровадження. Подальші дослідження варто проводити саме з цими добавками.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Raymond Viskanta and Jongmook Lim. Analysis of heat transfer during glass forming. //Glass Sci. Technol. 74-2001 № 11/12.
2. Племянников М.М., Крупа О.А. Хімія та теплофізика скла: Навчальний посібник. – К.: НТУУ”КПІ” 2000.– 560с.
3. Ралко А. В. Теплотехника, тепловые процессы и агрегаты в технологии неметаллических и силикатных материалов / А. В. Ралко, А. А. Крупа, Н. Н. Племянников. – Київ: УМК ВО, 1993.
4. Эйдукиявичюс К.К. Применение стеклобоя различного химического состава для производства пеностекла / К.К. Эйдукиявичюс, В.Р. Мацейкене, В.В. Балкявичюс и др. // Стекло и керамика. 2004. - № 3 - С. 12-15.
5. Спиридонов Ю.А. Проблемы получения пеностекла / Ю.А. Спиридонов, Л.А. Орлова // Стекло и керамика. 2003. - №10. - С. 10-11.
6. Ралко А. В. Тепловые процессы в технологии силикатов / А. В. Ралко, А. А. Крупа, Н. Н. Племянников. – Київ, 1986. – 345с.
7. Лотов В. А. Контроль процесса формирования структуры пористых материалов // Строительные материалы. - 2000. - № 9. - С. 26-28.
8. Мелконян Р.Г. Піноскло. Теорія і практика виробництва силікатних піноматеріалів / Р.Г. Мелконян, Б.І. Білецький, Г.Р. Мелконян. // Скло світу. – 2011. – №1. – С. 32–59.
9. VII Міжнародна конференція студентів, аспірантів та молодих вчених з хімії та хімічної технології; Назва доповіді – Підвищення ефективності поризації піноскла; Автори - Смакал Д.О., Племянников М.М.; Місце проведення - Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського». Київ.; Дата проведення: 11.04.2018

10. VIII Міжнародна науково-технічна конференція "Хімія та сучасні технології"; Назва доповіді - Термоволюмометрія процесу утворення піноскла; Автори - Смакал Д.О., Племянніков М.М.; Місце проведення - УДХТУ. Дніпро.; Дата проведення: 26.04.2017.

11. Лотов В.А. Кинетика процесса формирования пористой структуры пеностекла / В.А. Лотов, Е.В. Кривенкова // Стекло и керамика. — 2002, № 3-С. 14-17.

12. Kokura K., Tomozava M., MacCrone K.K. Defect formation in SiO₂ glass during fracture // J. Non-Cryst. Solids. 1989. - 111, № 2-3. - P. 269-276

13. Демидович Б.К., В.И. Пилецкий. Стекло и керамика 1971, № 1, С. 23-26.

14. Демидович Б.К. Піноскло. Мінськ, «Наука і техніка», 1975, 248с

15. Павлушин Н.М. Химическая технология стекла и ситаллов – М.: Стройиздат, 1983г. 428с

16. Кетов А.Б., Теплоізоляція з піноскла-спогади про майбутнє з думою про сьогодні // Скло світу, 2011.- № 1.- С.71-79

17. Гороховский В.А. Химическая технология стекла и ситаллов. Свойства стекол в жидком и твердом состоянии. — Саратов: Изд-во СПИ, 1979

18. Бобкова Н.М., Трунец Н.А., Батаева Е.Г., Изв. АН БССР, 1968. - № 3. - С. 48-49

19. Дамдинова Д.Р. Повышение эффективности пеностекол путем использования эффузивных пород и стеклобоя: Дис. . докт. тех. наук: 05.23.05. Защищена 31.10.07; Утв. 11.04.08. - Улан-Удэ, 2007. - 415с

20. Верещагин, Г.И. Овчаренко А.М // Строительные материалы. — 2001. - № 4. - С. 33-34.

21. Езерский В.А., Кролевецкий Д.В., К вопросу о технологии пористопустотелых керамических изделий / Строительные материалы, оборудование и технологии XXI века. — 2006. № 5. - С. 28 -29.

22. Morgan C.S. Activation energy in sintering // "J. Amer. Ceramic. Soc." 1969, 52. -№ 8. - P. 453-454

23. Бобкова Н.М., Сб. «Стеклообразное состояние». Минск, 1967

24. Schäfer Manfred., Coriglas-Schaumglas genügt höchsten Ansprüchen // "Baupraxis", 1979. № 2. – P. 21-22

25. Тамов М.Ч., Энергоэффективные пористокерамические материалы и изделия: Автореф. дис. . докт. техн. наук / М.Ч. Тамов. М., 2005. - 39 с

26. Погребенков, Т.В. Вакалова, Т.А. Хабас // Строительные материалы. 2000. -№4.-С. 34-35

27. Бутт Л.М., Поляк В.В., Технология стекла – М.:Стройиздат,1971г. 367 с.

28. Senna M. Smart milling for rational production of new materials / International conference on rational utilization of natural minerals. Ulaanbaatar, Mongolia. - RUNM 2005. - P. 34-41.