

<https://doi.org/10.31891/2307-5732-2023-317-1-181-185>

УДК 666:973.6.

РИМАР Тетяна

Східноукраїнський національний університет імені Володимира Даля

<https://orcid.org/0000-0001-9724-8640>

e-mail: rymartatjana1975@gmail.com

ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНОГО РЕЖИМУ ПРОЦЕСУ ПОРИЗАЦІЇ РІДИННОСКЛЯНИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ ДЛЯ ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЇ В УМОВАХ НВЧ ВИПРОМІНЮВАННЯ

В роботі наведено результати дослідження технологічного режиму процесу поризації рідинноскляних композицій під дією НВЧ випромінювання для досягнення ефективного видалення всіх видів води та отримання теплоізоляційних матеріалів з високими експлуатаційними властивостями. Було встановлено, що при потужності випромінювання 500 Вт у середовищі вакууму без обертання зразка не дивлячись на досягнуте високе значення температури 110-115 °С, інтенсивного спучення не спостерігалось. Зниження маси зразка обумовлено механізмом видалення води за допомогою вакууму, який зводиться до більш високої швидкості масопередачі без етапу пароутворення. У середовищі вакууму з обертанням зразка спостерігається інтенсивне спучення і утворення великої кількості «кратерів» на поверхні зразка і великих наскрізних пор в макроструктурі. При атмосферному тиску відбувається різке падіння температури на початку процесу, що свідчить про недостатню потужність НВЧ випромінювання для інтенсифікації процесу спучення через значну конденсацію вологи на поверхні зразка. При більш високій потужності випромінювання 650 Вт у середовищі вакууму відбувається різке зростання температури на початку процесу до 90-95 °С, що обумовлено початком інтенсивного пароутворення вільної та конституційної води та створенням градієнту тиску у зразку та поступове її зниження до 55-60 °С, що призводить до сушки матеріалу. Тобто, у середовищі вакууму недоцільно отримувати дані матеріали, оскільки протікають конкуруючі процеси масопередачі води з її випаровуванням. Найбільш оптимальними умовами для отримання композиційних ТІМ є вихідна потужність установки 650 Вт та атмосферний тиск. На першій же хвилині процесу відбувається різке підвищення температури до 85-90 °С, яка повільно збільшується до 115-120 °С і далі не змінюється. Цей період характеризується найбільш інтенсивним процесом спучення. Сам процес характеризувався легкістю регулювання, а отриманий зразок має привабливий зовнішній вигляд і низьку середню густину.

Ключові слова: технологічний режим, процес поризації, рідинноскляні композиції, НВЧ випромінювання, атмосферний тиск, вакуум.

RYMAR TATYANA

Volodymyr Dahl East Ukrainian National University

RESEARCH OF THE TECHNOLOGICAL MODE OF THE PROCESS OF PORIZATION OF LIQUID GLASS COMPOSITE MATERIALS FOR THERMAL INSULATION IN THE CONDITIONS OF UHF RADIATION

The paper presents the results of research into the technological regime of the process of liquid-glass composition porization under the action of microwave radiation to achieve effective removal of all types of water and obtain heat-insulating materials with high operational properties. It was established that with a radiation power of 500 W in a vacuum environment without rotation of the sample, despite the achieved high temperature value of 110-115 °C, intense swelling was not observed. The decrease in the mass of the sample is due to the mechanism of water removal using a vacuum, which is reduced to a higher mass transfer rate without a vaporization stage. In a vacuum environment, with sample rotation, intense swelling and the formation of a large number of "craters" on the surface of the sample and large through pores in the macrostructure are observed. At atmospheric pressure, there is a sharp drop in temperature at the beginning of the process, which indicates insufficient power of microwave radiation to intensify the swelling process due to significant condensation of moisture on the surface of the sample. With a higher radiation power of 650 W in a vacuum environment, a sharp rise in temperature occurs at the beginning of the process to 90-95 °C, which is due to the beginning of intensive vaporization of free and constitutional water and the creation of a pressure gradient in the sample and its gradual decrease to 55-60 °C, which leads before drying the material. That is, it is impractical to obtain these materials in a vacuum environment, since there are competing processes of water mass transfer and its evaporation. The most optimal conditions for obtaining composite TIMs are the output power of the installation of 650 W and atmospheric pressure. At the very first minute of the process, the temperature rises sharply to 85-90 °C, which slowly increases to 115-120 °C and does not change further. This period is characterized by the most intensive swelling process. The process itself was characterized by ease of adjustment, and the obtained sample has an attractive appearance and a low average density.

Key words: technological regime, porization process, liquid-glass compositions, microwave radiation, atmospheric pressure, vacuum.

Постановка проблеми у загальному вигляді та її зв'язок із важливими науковими чи практичними завданнями

Для теплової ізоляції високотемпературного устаткування слід застосовувати матеріали на основі неорганічної сировини, які є термостійкими і при нагріванні не виділяють токсичних речовин в атмосферу. Таким вимогам задовольняють теплоізоляційні матеріали на основі неорганічного полімеру – рідинного скла. Головна перевага таких матеріалів – стабільність властивостей при високих температурах. Полімерна будова та властивості рідинного скла забезпечують високі міцнісні властивості матеріалів, але на відміну від органічних полімерів вони характеризуються високою екологічністю через відсутність деполімеризації матеріалу, негорючістю та біостійкістю при гарантованому терміні експлуатації – не менше 50 років.

Теплоізоляційні композиційні матеріали на основі рідинного скла залежно від способу затвердіння

(полімеризації) основного компоненту ділять на матеріали холодного і гарячого спучення. До основних недоліків матеріалів холодного спучення відносяться недостатня хімічна стійкість (водостійкість) кінцевого матеріалу, низька механічна міцність та схильність до усадкових деформацій. Тому більш доцільно отримувати теплоізоляційні матеріали гарячого спучення, перевагою яких є більш висока міцність при низькій середній густині і гігроскопічності [1, 2].

Аналіз досліджень та публікацій

Існують різні технологічні підходи в отриманні таких матеріалів, що принципово відрізняються за процесом газовиділення безпосередньо в товщі сформованої композиції. Причому процес газовиділення при високих температурах може бути заснований як на реакціях спеціальних добавок, так і на виділенні парів кристалізаційної і хімічно зв'язаної води [3–7]. З недоліків матеріалів цього класу слід зазначити підвищену енергоємність процесів їх виробництва, оскільки всі вони протікають за температури 300–800 °С впродовж 1–3 год. Ще одним стримуючим фактором у виробництві даних матеріалів є складність отримання теплоізоляційних матеріалів в плитній формі, через труднощі рівномірного прогріву внутрішніх шарів великорозмірних зразків при використанні традиційного конвективного нагріву. Як альтернативне джерело термообробки при виробництві даних ТІМ можливо використовувати мікрохвильове (МХ) випромінювання, яке дозволить здійснити об'ємний прогрів всіх шарів РСК та отримати якісний ТІМ.

Істотну роль при мікрохвильовому нагріві грають теплофізичні властивості зразка, оскільки ефективність і однорідність мікрохвильового нагріву залежать не лише від діелектричних властивостей матеріалу, але і від його здатності розподіляти тепло, що виділилося, за об'ємом. Так, однією з головних причин неоднорідного нагріву зразків є різке збільшення із зростанням температури чинника діелектричних втрат. При цьому швидкість дисипації теплоти в об'ємі зразка виявляється недостатньою, і в ньому утворюються зони з більш високою температурою, в яких поглинання мікрохвильового випромінювання відбувається більш інтенсивно. Таким чином, незважаючи на широко поширену думку про рівномірність розподілу теплоти за об'ємом зразка при мікрохвильовому нагріві слід ретельно підбирати умови експерименту, щоб уникнути виникнення різких градієнтів температури в об'ємі зразка [7].

Таким чином, для отримання якісного композиційного матеріалу з низькою середньою густиною і теплопровідністю, високими показниками міцності необхідно не тільки правильно підібрати рецептурний склад вихідної рідинноскляної композиції (РСК), але й вірно визначити технологічні параметри її спучення в умовах НВЧ випромінювання та методи контролю за процесом поризації.

Формулювання цілей статті

Метою роботи є визначення оптимальних умов процесу поризації РСК під дією НВЧ випромінювання для досягнення ефективного видалення всіх видів води та отримання теплоізоляційних матеріалів з високими експлуатаційними властивостями.

Вклад основного матеріалу

НВЧ-установка використовує електромагнітне поле, яке змушує молекули води, що містяться у рідинному склі, поглинати НВЧ енергію. Під дією НВЧ випромінювання відбувається об'ємний нагрів РСК, внаслідок чого вона переходить у в'язкопластичний і далі в піропластичний стан, коли при високій температурі утворюється рідка фаза, в результаті чого вона розм'якшується, набуває здатність до пластичної деформації і спучується газами, що виділяються. Тобто, головною рушійною силою при спученні рідинноскляних композицій є підвищення тиску пари води при підвищенні температури в об'ємі РСК. Цей ефект досягається дією інтенсивного електромагнітного поля надвисоких частот.

Спочатку дослідження процесу поризації композиційного матеріалу проводилося при потужності 500 Вт без обертання зразка у розрідженому середовищі (рис. 1). Створення вакууму проводилося з метою виключити вплив сконденсованої в камері вологи на тривалість процесу і властивості досліджуваних зразків (тиск процесу при пуску установки становив близько 10 кПа).



Рис. 1. Залежність температури процесу від його тривалості при потужності випромінювання 500 Вт в розрідженому середовищі

Щоб проаналізувати, чи є можливим спучення РСК тільки за рахунок структурно-зв'язаної води, яка випаровується, без додаткового газоутворення, зв'язуюче не містило газоутворюючого агента (рис. 1, кр. 1). Різкого стрибка температури не відбулося, поступове її зростання спостерігалось протягом усього процесу і зупинилося лише на 10-й хв. Не дивлячись на досягнуте високе значення температури процесу – 110-115 °С при низькому показнику тиску (не більше 10 кПа), інтенсивного спучення не спостерігалось, про що говорить і невисокий показник коефіцієнта спучення – 1,4-1,5. В результаті після закінчення процесу (через 10 хв) втрата маси зразка склала 25-27 %, а середня густина 470-490 кг/м³. Даний показник середньої густини є зависоким для теплоізоляційного матеріалу, тому доцільно використовувати газоутворюючий агент. Зниження маси зразка обумовлено механізмом видалення води за допомогою вакууму, який зводиться до більш високої швидкості масопередачі без етапу пароутворення. Фактично, вся вільна і адсорбційна вода з РСК була видалена у вигляді рідкої фази (туману), і спучення композиції відбувалося тільки за рахунок невеликої кількості зв'язаної води.

Подальше дослідження проводилося із застосуванням газоутворюючого агента (H₂O₂) в умовах, аналогічних умовам попереднього дослідження, щоб простежити зміни в процесі у присутності пероксиду водню та поліпшити ефективність спучення зразка. Як видно з рис. 1 (кр. 2), до 3-ї хв процесу відбулося інтенсивне зростання температури до ~90 °С та була практично повністю видалена вільна вода, що міститься в рідинноскляній суміші, і спостерігалось інтенсивне спучення зв'язуючого за рахунок видалення адсорбційної води і газовиділення в результаті розкладання газоутворювача. Потім інтенсивність процесу впала, зростання температури сповільнилося, оскільки температура поетапно збільшилася з 90-95 до 100-110 °С і почалася сушка матеріалу. Присутність пероксиду водню зумовила більш низькі температури процесу спучення порівняно з показниками попереднього дослідження, оскільки зріс вміст води у зв'язуючому за рахунок розчину пероксиду водню та спучення відбувалось за рахунок адсорбційної води, яка входить і до зовнішньої і до внутрішньої координаційної сфери. Як видно, в середовищі низького тиску, процес спучення протікає рівномірно, без різких стрибків температури. Втрата маси зразка через 3 хв процесу склала 23-25 %, а по закінченні процесу через 10 хв – 28-30 %. Коефіцієнт спучення при цьому дорівнює 2,4-2,5; а середня густина – 410-430 кг/м³.

Якщо порівнювати з попереднім експериментом, застосуванням газоутворюючого агента вдалося домогтися лише збільшення коефіцієнту спучення і незначного зниження середньої густини матеріалу, однак цього недостатньо для використання отриманого матеріалу як теплоізоляційного. Крім того, поверхня готового спученого зразка мала неоднорідний, "хвилястий" вигляд унаслідок дії сконденсованої пари вологи на окремі ділянки зразка. Відсутність обертання зразка в процесі спучення призвело до нерівномірного прогріву шару РСК.

Виходячи з отриманих результатів, наступне дослідження проводили з обертанням форми з метою досягнення рівномірного нагріву і пороутворення за усім об'ємом зразка, залежність температури процесу від його тривалості зображена на рис. 2.

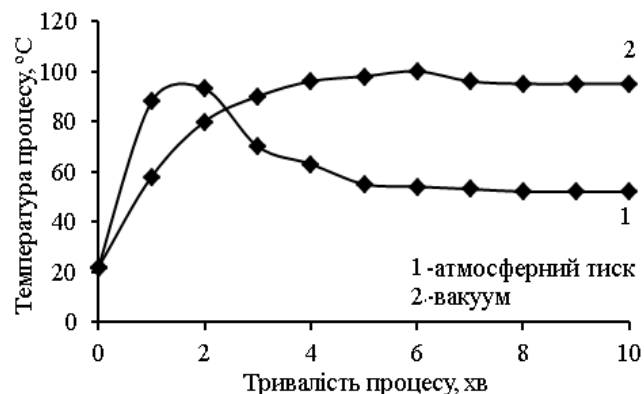


Рис. 2. Залежність температури процесу від тривалості спучення з обертанням зразка при потужності 500 Вт

При пуску установки при атмосферному тиску рис. 2 (кр. 1) в мікрохвильовій камері відбувалося різке падіння температури після 2 хв процесу, тобто даної потужності випромінювання не вистачило для інтенсифікації процесу спучення через значну конденсацію вологи на поверхні зразка. Втрата маси зразка при цьому склала 20-22 %, а середня густина – 400-420 кг/м³. Розріджене середовище всередині установки дозволило усунути цей недолік і спровокувати зростання температури процесу. Як видно з графіка, створення розрідженого середовища (кр. 2) в камері за допомогою відкачування повітря через вакуумний тракт зумовило рівномірне зростання і достатньо високі показники температури зразка (~100 °С) та плавний хід процесу спучення матеріалу. Постійна температура всередині камери була досягнута на 10-й хв і далі не змінювалась, втрата маси зразка при цьому склала 35-37%. Для отриманого зразка коефіцієнт спучення становить 2,6-2,8, а середня густина – 270-290 кг/м³. Однак, надто інтенсивне спучення зв'язуючого і низький тиск всередині камери призвели до появи великої кількості «кратерів» на поверхні зразка і великих наскрізних пор у внутрішній структурі матеріалу.

Для усунення цього ефекту наступний експеримент проводився при більш високій потужності випромінювання - 650 Вт. Пусковий тиск становив ~ 10 кПа і підтримувався на даному рівні під час всього процесу за допомогою постійного відкачування повітря через вакуумний тракт. Залежність температури матеріалу від тривалості процесу при потужності мікрохвильового випромінювання 650 Вт приведена на рис. 3.

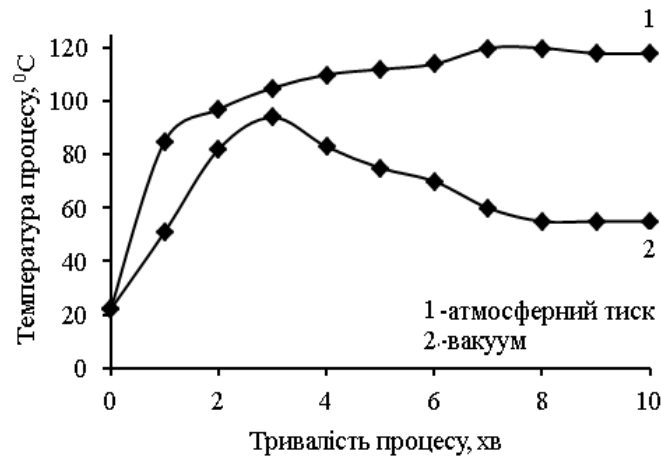


Рис. 3. Залежність температури від тривалості процесу при потужності 650 Вт з обертанням зразка

Як видно з рис. 3 (кр. 2), різке зростання температури до 3-ї хв процесу до 90-95 °С обумовлено початком інтенсивного пароутворення вільної та адсорбційної води та створення градієнту тиску у зразку. Оскільки РСК містить велику кількість рідкої фази, то через її відсмоктування за рахунок створення вакууму відбувається повільне зниження температури процесу до 55-60 °С та сушка матеріалу. Втрата маси зразка склала 42-44 % через 3 хв процесу та 45-47% – через 10 хв, коефіцієнт спучення – 2,2-2,3; середня густина – 330-350 кг/м³. Так як коефіцієнт спучення при даному режимі нижче показника попереднього дослідження, а втрата маси навпаки значно зросла, можна зробити висновок, що в середовищі вакууму недоцільно отримувати матеріал, оскільки в його структурі відбуваються конкуруючі процеси масопередачі води з її випаровуванням, що призводить до втрат зв'язаної води і зменшення здатності РСК до поризації, та у більшій мірі відбувається сушіння матеріалу ніж його спучення.

Наступний дослід проводили при атмосферному тиску (рис. 3, кр. 1). Пусковий тиск процесу склав 100 кПа, потужність 650 Вт. Так як при перевищенні тиску понад 100 кПа всередині установки при потужності 650 Вт магнітрон автоматично відключається, тиск тримається на рівні ~ 80 кПа. На першій же хвилині процесу відбувається різке підвищення температури до 85-90 °С, яка далі повільно збільшується до 115-120 °С до 7 хв процесу і далі не змінюється. Цей період характеризується найбільш інтенсивним процесом спучення. В результаті втрата маси зразка склала 50-52 %, коефіцієнт спучення – 2,8-3,0; середня густина – 220-240 кг/м³.

Виходячи з проведених досліджень можна зробити висновок, що для процесу спучення композиційних матеріалів при потужності 650 Вт, незалежно від тиску процесу, спучення характеризується двома яскраво вираженими періодами – періодом інтенсивного спучення і періодом сушки зразка. Перший період характеризується різким підвищенням температури (інтенсивний процес пароутворення вільної і адсорбційної води), а другий – або її виходом на постійне значення, або її поступовим зниженням і виходом на постійний рівень коли вся вода видалена.

Технологічні параметри процесу поризації композиційних матеріалів під дією НВЧ випромінювання зведені в таблицю 1

Таблиця 1

Параметри процесів спучення і характеристика композиційних матеріалів

Потужність НВЧ випромінювання, Вт	Тиск процесу, кПа	Кількість газоутворювача, мас/ч	Максимальна температура, °С	Час максимальної втрати маси, хв	Втрати маси, %	Середня густина, кг/м ³	Коефіцієнт спучення
500	~10	0	110-115	10	25-27	470-490	1,4-1,5
500	~10	10	100-110	3	23-25	410-430	2,4-2,5
500	~10	10	90-100	10	35-37	270-290	2,6-2,8
500	~80	10	90-95	3	20-22	400-420	2,0-2,2
обертання зразка							
650	~10	10	90-95	3	42-44	330-350	2,2-2,3
650	~80	10	115-120	7	50-52	220-240	2,8-3,0
обертання зразка							

З даних таблиці видно, що оптимальними умовами для отримання композиційних ТІМ є: вихідна потужність НВЧ-установки 650 Вт, обертання зразка, пусковий тиск 100 кПа, тиск протягом процесу ~ 80 кПа.

Висновки з даного дослідження і перспективи подальших розвідок у даному напрямі

На підставі проведених досліджень були визначені оптимальні технологічні параметри процесу поризації рідинноскляних композицій, а саме: вихідна потужність установки – 650 Вт, атмосферний тиск, температура при цьому тримається на рівні 115-120 °С, тривалість процесу 7–10 хв. Дана НВЧ-технологія дозволяє отримати композиційні теплоізоляційні матеріали при більш низьких енергетичних витратах на їх виробництво в порівнянні з конвективним нагрівом, оскільки температура є більш ніж вдвічі нижчою за відомі процеси, а тривалість майже вдесятеро менше.

Література

1. Морозов А.П. Пенобетоны и другие теплоизоляционные материалы. Магнитогорск, 2008. 103 с.
2. Малявский Н.И. Щелочно-силикатные утеплители - химические основы производства. Российский химический журнал. 2003. № 4. С. 39-45.
3. Storozhenko D., Dryuchko O., Jesionowski T. Thermal Insulation Materials With High-Porous Structure Based on the Soluble Glass and Technogenic Mineral Fillers. International Journal of Engineering & Technology. (2018). № 7 (3.2). P. 692-697. URL: file:///C:/Users/NB/Downloads/Thermal_Insulation_Materials_With_High-Porous_Stru.pdf
4. Isamu Iwami, Shingo Kimura, Toshio Iwasa. Foamable glass composition and glass foam. Pat. US 4347326A: МПК С03С 11/00; С03С 3/04; С03С 3/08; С03С 3/10. 31.08.1982, 10 р. URL: <https://patents.google.com/patent/US4347326A/en>.
5. Ayadi A., Stiti N., Benhaoua F., Boumchedda K., Lerari Y. Elaboration And Characterization Of Foam Glass Based On Cullet With Addition Of Soluble Silicates. AIP Conference Proceedings, Published Online: 27 January 2011. URL: <https://doi.org/10.1063/1.3552401>.
6. Ivanov K. S. Preparation and Properties of Foam Glass-ceramic from Diatomite. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. 2018, № 33. P. 273–277. URL: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11595-018-1817-8>.
7. Пробоподготовка в микроволновых печах: Теория и практика. Под ред. Г.М. Кингстона, Л.Б. Джесси. М. : Мир, 1991. 336 с.

References

1. Morozov A.P. Penobetonny i drugie teploizolyacionnyye materialy. Magnitogorsk, 2008. 103 s.
2. Malyavskij N.I. Shelochno-silikatnyye uteplyteli - himicheskie osnovy proizvodstva. Rossijskij himicheskij zhurnal. 2003. № 4. S. 39-45.
3. Storozhenko D., Dryuchko O., Jesionowski T. Thermal Insulation Materials With High-Porous Structure Based on the Soluble Glass and Technogenic Mineral Fillers. International Journal of Engineering & Technology. (2018). № 7 (3.2). R. 692-697. URL: file:///C:/Users/NB/Downloads/Thermal_Insulation_Materials_With_High-Porous_Stru.pdf
4. Isamu Iwami, Shingo Kimura, Toshio Iwasa. Foamable glass composition and glass foam. Pat. US 4347326A: MPK C03C 11/00; C03C 3/04; C03C 3/08; C03C 3/10. 31.08.1982, 10 r. URL: <https://patents.google.com/patent/US4347326A/en>.
5. Ayadi A., Stiti N., Benhaoua F., Boumchedda K., Lerari Y. Elaboration And Characterization Of Foam Glass Based On Cullet With Addition Of Soluble Silicates. AIP Conference Proceedings, Published Online: 27 January 2011. URL: <https://doi.org/10.1063/1.3552401>.
6. Ivanov K. S. Preparation and Properties of Foam Glass-ceramic from Diatomite. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. 2018. № 33. R. 273–277. URL: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11595-018-1817-8>.
7. Probopodgotovka v mikrovolnovyh pechah: Teoriya i praktika. Pod red. G.M. Kingstona, L.B. Dzhessi. M. : Mir, 1991. 336 s.