

*Г.В. Кошлак, к.т.н., доцент
кафедри теплогазопостачання, вентиляції та теплоенергетики
О.Г. Касьяненко, студент групи 301-НТ
Полтавський національний технічний
університет імені Юрія Кондратюка*

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСІВ ФОРМУВАННЯ ПОРИСТОЇ СТРУКТУРИ ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

Наведено результати застосування методики експериментальних дослідів процесів спучування сировинних рідких сумішей. Обробку даних здійснено методом планового експерименту. Експериментальні виміри виконано на повірених приладах.

Ключові слова: *спучування, пориста структура, теплофізичні характеристики.*

Вступ. Створення державою сприятливих умов для розвитку технології ізоляційних процесів, а також виробництва та використання нових матеріалів, дозволить вирішити комплексну проблему – енергозбереження та екології.

Одним з напрямків рішення даної проблеми є розробка та впровадження ефективних теплоізоляційних пористих матеріалів на основі розчинних гідросилікатів з місцевої сировини.

Основний матеріал і результати. Аналізуючи існуючі технології виробництва і властивості отриманих пористих матеріалів, можна зробити висновок про те, що вони знаходяться в більш складній функціональній залежності, чим це впливає з приведених у літературі даних, зокрема про матеріали, отримані на основі гідратованих лужних силікатів. В результаті експериментальних даних спучування пористих матеріалів термічними методами в лабораторних умовах, ми помітили наступні особливості. Спостерігалась інтенсивність теплопідводу, яка визначала практично всі споживчі характеристики виробів: теплопровідність, щільність, міцність, термостійкість, пористість, водопоглинення, гігроскопічність, розмір і форму пор, вид пористості. При спучуванні спостерігається динаміка зміни кількості пор у часі. На рисунку 1 показані мікрофотографії пористої структури зрізу матеріалу після термообробки, виконаної при різних температурних режимах з періодичністю 2 хвилини.

Інтенсивне нагрівання сировинної гелеподібної суміші в камері печі при температурах 800 °С (рис 1, а) супроводжувалося відносно швидким пороутворенням, ростом, злиттям пор з формуванням в окремих об'ємах матеріалу локальної каналної пористості. Такий матеріал мав мінімальну теплопровідність ($\approx 0,04$ Вт/(м К)). Термообробка заготівлі при температурах, близьких до 500 °С (рис.1, б) не викликала множинного злиття пор. Їхнє укрупнення відбувалося за рахунок пароутворення. Цей режим спучування завершувався утворенням замкнутої пористої структури без відкритої пористості до моменту застигання сировинної суміші. Термообробка заготівлі при температурах, близьких до 300 °С (рис. 1, в) дозволяла одержати пористу структуру, із практично не зміненою в часі кількістю пор (максимально можливою), розмір яких також може змінюватися незначно протягом періоду повної кристалізації матеріалу. Такий матеріал може мати досить низьку теплопровідність і високу міцність.

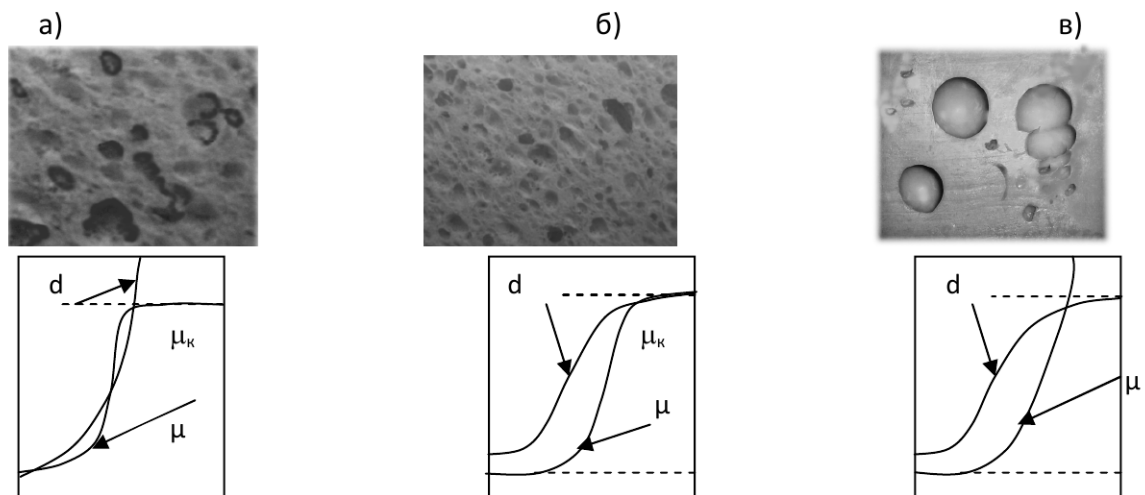


Рис. 1. Структура ТПМ після спучування при температурах:
а) 800 °С; б) 500 °С; в) 300 °С

Теплофізичні характеристики матеріалу залежать також і від складу вихідної сировинної суміші. Нами запропоновані і запатентовані кілька складів сировинної суміші і способів одержання нових теплоізоляційних пористих матеріалів (ТПМ) [1, 2].

Рецептурно-технологічні параметри одержання пористого теплоізоляційного матеріалу та результати випробувань наведені в таблиці 1.

Приготовлену сировинну суміш здрібнених активного кремнеземистого матеріалу, мінерального наповнювача, глини з водним розчином гідроксиду натрію і бікарбонату натрію спочатку піддають гідротермальній обробці при 90–100°С протягом 70–90 хвилин, а отримані гранули перед спучуванням підсушують повітрям протягом 10–15 хвилин при температурі 100–120°С, а потім спучують при температурі 500–550°С протягом 5–20 хвилин.

Таблиця 1 – Рецептурно-технологічні параметри одержання пористого теплоізоляційного матеріалу та результати випробувань

Показники	Запропонований, мас. ч.	Прототип, мас.ч.
Кремениста порода або кремнеземистий матеріал техногенного походження, або їхня суміш у співвідношенні 1:1	100	100
Мінеральний наповнювач	1–75	1–150
Глина	1–75	–
Гідроксид натрію	1–15	1–30
Бікарбонат натрію	1–8	–
Вода	50–125	30–125
Коефіцієнт спучування	5,4–8	3,7
Пористість, %	71	63
Коефіцієнт теплопровідності при 20°С, Вт/мК	0,11	0,15
Термостійкість, °С	1300	850
Температура застосування, °С	1200	750

Таким чином, запропонована сировинна суміш та спосіб її одержання для пористого теплоізоляційного матеріалу дозволяє отримати матеріал з кращими показниками термостійкості та пористості (теплопровідності), що дасть можливість використовувати його для теплоізоляції термонапружених об'єктів, наприклад

котлоагрегатів, а також новий теплоізоляційний пористий матеріал дозволить зменшити на 30–40% експлуатаційні затрати при роботі котлів та збільшити термін періоду міжремонтної експлуатації.

Головними структурними особливостями пористих матеріалів є пористість, розмір, форма і вид пор, що і визначає значною мірою їхні теплофізичні властивості

Дослідження структури матеріалу (пористості) виконувалися за допомогою фотоелектронної установки, що включає мікроскоп МБС-2, фотомножник і перерахунковий електронний прилад ПС-10000. Визначення характеру пористості матеріалу під мікроскопом відрізняється великою трудомісткістю, однак із всіх існуючих цей спосіб є єдиним, що дозволяє судити не тільки про розподіл пор у матеріалі за розмірами, але і про їхню форму. Для вимірів використовувалися об'єктиви зі збільшенням у 40 разів. Визначення характеру пористості матеріалу під мікроскопом відрізняється великою трудомісткістю, однак із всіх існуючих цей спосіб є єдиним, що дозволяє судити не тільки про розподіл пір у матеріалі по розмірах, але і про їхню форму.

На рис. 2 і 3 показані графіки розподілу пор в об'ємі матеріалу за розмірами після спучування при різних температурах.

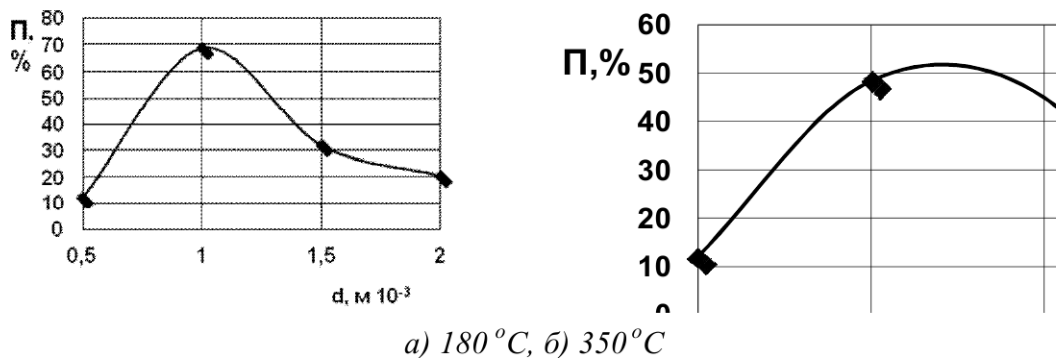


Рис. 2. Розподіл пор в об'ємі матеріалу за розмірами після спучування при різних температурах

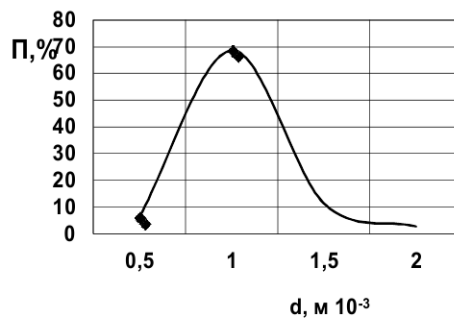


Рис. 3. Розподіл пор в об'ємі матеріалу за розмірами після спучування при температурі 600 °C

Очевидно, що розміри пор у матеріалі з замкнутою пористістю неоднозначно впливають на його теплопровідність і інші теплофізичні властивості при різних температурах, оскільки істотно змінюється в'язкість газу усередині пор, а, отже, конвективна складова тепловіддачі.

Для виявлення впливу термічних режимів і складу сировинної суміші на пористість виконані експериментальні дослідження з методики планованого експерименту з ядром 2^n . Як керуючі фактори для матеріалу прийняті: процентний вміст глини (кодовані значення X_1), процентний вміст Na_2CO_3 (код X_2), вологість сировинної суміші (код X_3) і температура обробки (код X_4).

Після проведених розрахунків за стандартним алгоритмом методом планованого експерименту отримані оцінки коефіцієнтів у моделях, які наведено в таблиці 2.

Таблиця 2 – Оцінки коефіцієнтів у моделях пористості

Фактори та їх взаємодія	Оцінки впливу факторів на показники	Фактори та їх взаємодії	Оцінки впливу факторів на показники
	(Y ₁), ТПМ1		(Y ₁), ТПМ1
X ₁	3,736	X ₄ ²	-3,45
X ₂	6,207	X ₁ X ₂	0,625
X ₃	14,085	X ₁ X ₃	0,5
X ₄	5,255	X ₁ X ₄	0,375
X ₁ ²	-11,2	X ₂ X ₃	-1
X ₂ ²	-6,95	X ₂ X ₄	0,875
X ₃ ²	-7,2	X ₃ X ₄	2,5

Для перевірки залежності впливу факторів і їхніх взаємодій на показники, а також адекватності отриманих моделей були знайдені помилки S_x² для показників Y. Для цього кожний показник у «нульовій» крапці X₁ = X₂ = X₃ = X₄ = 0 провели чотири повторних досліди. Їх результати приведені в таблиці 3.

Таблиця 3 – Значення повторних дослідів та дисперсій помилок спостереження для показника (Y₁), ТПМ1

Показник	Значення показника в повторних дослідах				Дисперсія помилок спостережень
	1	2	3	4	
(Y ₁), ТПМ1	67	72	73	80	8,667

«Пороги» значимості для оцінок коефіцієнтів, що характеризують ступінь впливу факторів і коефіцієнтів їхньої взаємодії, знаходимо як h_iS, де S – середнє квадратичне відхилення помилки спостереження, h_i = t_{кр}(α;φ) √C_i, t_{кр}(α;φ) – критичне значення розподілу Стюдента для рівня значимості α і числа ступенів свободи φ. У проведених повторних дослідах φ = 3, C₁ = 0,05 для X_i, C₂ = 0,125 для X_i², C₃ = 0,0625 для X_iX_j, i = 1 .. 4.

В результаті обробки даних з використанням приведених вище залежностей для показників Y "пороги" значимості оцінок коефіцієнтів, що характеризують силу впливу факторів і їхніх коефіцієнтів, приведені в таблиці 4 для рівня значимості α = 0,05.

Таблиця 4 – «Пороги» значимості для факторів та їх взаємодій

Показник	X _i	X _i ²	X _i X _j
(Y ₁), ТПМ1	2,095	3,312	2,342

Виключивши з моделей фактори і їхні взаємодії, у яких величина коефіцієнтів по модулю менша від зазначених «порогів» значимості, для рівня значимості α = 0,05 одержимо такі залежності:

$$Y_1 = 83,52 + 3,736X_1 + 6,207X_2 + 14,085X_3 + 5,255X_4 - 11,2X_1^2 - 6,95X_2^2 - 7,3X_3^2 - 11,2X_4^2 + 2,5X_3X_4$$

$$R=0,914. \quad (1)$$

Після перетворювань одержимо рівняння (1) в вигляді

$$Y_1 = 94,11 - 11,2(X_1 - 0,167)^2 - 6,95(X_2 - 0,477)^2 - 7,2(X_3 - 0,978)^2 - 3,47(X_4 - 0,762)^2 + 2,5X_3X_4$$

$$R=0,914. \quad (2)$$

Перевірка адекватності отриманих моделей проводилася за критерієм Фішера. Розрахункове значення F - статистики знаходилося за формулою

$$F_p = \frac{S_{oct}^2}{S^2}. \quad (3)$$

Для отриманої моделі залишкова дисперсія визначена по рівнянню

$$S_{ost}^2 = \frac{1}{n - m} \sum_{i=1}^n (Y_i - \tilde{Y}_i)^2, \quad (4)$$

де $n = 25$ - число дослідів; m - число коефіцієнтів у моделі.

Отримані залишкові дисперсії, розрахункові і табличні значення статистики (Фішера F_p і $F_{табл}$ приведені в таблиці 5.

Таблиця 5 – Значення остаточних дисперсій S_{oct}^2 ; розрахункових F_p та табличних $F_{табл}$ статистик Фішера для показників Y

Показники	Значення $S_{oct}^2, F_p, F_{табл}$.		
	S_{oct}^2	F_p	$F_{табл.} (\alpha = 0,05; 25- m; 3)$
$(Y_1), ТПМ1$	47,34	5,426	8,703

З отриманих даних випливає, що найбільший вплив на пористість і матеріалу має початкова вологість сировинної суміші (X_3 у рівнянні (1)). Це очевидно, оскільки в основному вологовміст матеріалу і визначає кількість пари, що виділяється при термообробці - пороутворювача. Масова частка Na_2CO_3 (X_2) є додатковим газоутворювачем і тому даний фактор також домінує в першій серії дослідів по спучуванню ТПМ.

Температура (X_4) термообробки визначає у більшому ступені вид пористості, що впливає також з рис. 2, 3, і міцнісні характеристики готового матеріалу.

Глина (X_1) є додатковим газоутворювачем, але в більшій мірі визначає міцнісні характеристики і термостійкість матеріалу. Таким чином, поставлена задача - розробка нового пористого матеріалу з прогнозованими теплофізичними характеристиками може бути вирішена і, що не менш важливо, доведена можливість такого прогнозу, створені нові технології, що дозволяють одержати ці матеріали з задачі

Висновки. Встановлено функціональні співвідношення структурних і теплофізичних характеристик нового пористого теплоізоляційного матеріалу, що дозволяють визначити значення теплофізичних властивостей уже на стадії проектування і виготовлення виробів.

Література

1. Пат. 27656 UA, МПК C04B14/00. Сировинна суміш для пористого теплоізоляційного матеріалу / Кошлак Г.В., Павленко А.М.; заявник та патентовласник ДДТУ. - № 2007 07203; заявл. 26.06.2007; опублік. 12.11.2007, Бюл. №18.

2. Пат. 25862 UA, МПК C04B14/00. Сировинна суміш для пористого теплоізоляційного матеріалу / Кошлак Г.В., Павленко А.М., Соколовська І.Є.; заявник та патентовласник ДДТУ. - № 200703899; заявл. 10.04.2007; опублік. 27.08.2007, Бюл. №13.