



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **121407** (13) **U**
(51) МПК
C04B 28/26 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2017 03934	(72) Винахідник(и): Павленко Анатолій Михайлович (UA), Стороженко Дмитро Олексійович (UA), Дрючко Олександр Григорович (UA), Бунякіна Наталія Володимирівна (UA), Іваницька Ірина Олександрівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 21.04.2017	(73) Власник(и): ПОЛТАВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ЮРІЯ КОНДРАТЮКА, пр. Першотравневий, 24, м. Полтава, 36011 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 11.12.2017	(74) Представник: Тимофєєв Анатолій Маркович
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 11.12.2017, Бюл.№ 23	

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ СПУЧЕНОГО ГРАНУЛЬОВАНОГО ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЙНОГО НАПОВНЮВАЧА

(57) Реферат:

Спосіб виготовлення спученого гранульованого теплоізоляційного наповнювача включає приготування сировинної суміші змішуванням вихідних порошкоподібних компонентів, наступне "затворення" сирцевої маси розчинним склом, переведення композиційної системи у гелеподібний стан, подрібнення й одержання її окремих фрагментованих елементів та наступне термооброблення, при цьому виготовлення вказаного матеріалу включає: 1) підготовку вихідних складових сировинної суміші перетиранням, розмелюванням, просіюванням через сито (80-315 мкм): золи-винесення ТЕС, лежалого портландцементу, частково обезводненого "сухого скла", висушеного при заданій, згідно із запропонованим регламентом перероблення композиційної системи, температурі (105, 190°C); 2) приготування наважок складових сировинних порошкових компонентів і дозованого об'єму розчинного скла "затворювача", згідно з відпрацьованою оптимізованою рецептурою; 3) гомогенізацію порошкових складових сировинної суміші ретельним змішуванням; 4) "затворення" сировинної маси розчинним склом, перемішування до загущення композиції й утворення стійкого гелю за звичайних умов; 5) механічне фрагментування затверділого пластичного коржа на окремі елементи заданих розмірів, форми і конфігурації, з урахуванням коефіцієнта спучення (залежно від особливостей вирішуваних задач); 6) поміщення фрагментованих елементів у футеровану форму з необмеженим об'ємом на термостійкий полімерний піддон окремо, не торкаючись до сусідів; 7) нагрівання зі швидкістю 4-7 град. / хв і переведення речовини гранульованих заготовок у піропластичний стан (110-115 °С, витримка 15 хв, можливе ущільнення) з наступним двостадійним термообробленням - гаряче спінювання і відтворення регулярної поризованої структури тіла гранул (130-220 °С, витримка 20 хв), перенесення нелипких заготовок із футерованої форми на термостійкий піддон з подальшим нагріванням до 500-550 °С і їх витримкою (для надання їм задовільної водо- і паростійкості), охолодження й одержання готових виробів.

UA 121407 U

Корисна модель належить до галузі виробництва будівельних матеріалів, зокрема до виготовлення пористих штучних виробів, і може бути використана при одержанні гранульованого теплоізоляційного матеріалу і легкого заповнювача для бетонів промислового і цивільного будівництва, а також у теплотехніці як теплова ізоляція.

5 Нині відомі сировинні суміші і способи одержання сучасних ефективних неорганічних утеплювачів з використанням як зв'язуючого компонента нетоксичного негорючого рідкого скла. Отримання таких теплоізоляційних матеріалів знайшло відображення у численних технічних рішеннях. При цьому приклади конкретного виготовлення зазначених виробів можуть мати відмінності як у складі вихідних матеріалів, так і в технології їх оброблення, що обумовлено відсутністю універсальних методів їхнього вирішення.

10 Відома сировинна суміш і спосіб одержання гранульованого теплоізоляційного матеріалу з рідкого скла - "склопора" [1]. Сировинна суміш включає наступні компоненти: 93-95 % рідкого скла густиною 1,4-1,45 г/см³, 7-5 % тонкодисперсного наповнювача з питомою поверхнею 2000-3000 см²/г (наприклад золи ТЕЦ) і 0,5-1 % гідрофобізуючої добавки (наприклад ГКЖ-10). Спосіб виготовлення "склопори" полягає в наступному: сировинна суміш, перемішана до однорідного стану, подається у краплинному вигляді у розчин хлористого кальцію з температурою 22-30 °С і витримується протягом 40 хв для формування гранул. Отримані сирцеві гранули підсушують при температурі 85-90 °С протягом 10-20 хв і потім спучують при температурі 350-500 °С протягом 10-30 хв.

20 Недоліками відомої сировинної суміші і способу виробництва є низькі міцність і водостійкість отриманого матеріалу, складність і тривалість технологічного процесу його виготовлення, а також застосування розчину хлористого кальцію, що спричинює корозію обладнання, яке використовується. Виникають складнощі, пов'язані з підтримкою заданого значення концентрації розчинів хлоридів й утилізацією відпрацьованого розсолу.

25 Для переходу сирцевої маси з текучого у загущений пастоподібний стан і проведення наступного гранулювання можливе додавання до неї не тільки гідрофобізуючої добавки, а і кислотних компонентів. Про це йдеться у близьких до корисної моделі за технічною суттю серії патентів [2-4] одних авторів. У патенті [2] запропоновано варіант додавання борної кислоти. У патенті [3] пропонують збільшувати вміст у композиції кислотних оксидів за рахунок додавання не тільки мінеральної кислоти, але і дисперсних кислотних оксидів, переважно SiO₂ і Al₂O₃, за рахунок додавання глієжі - природно паленої глини (вміст складових якої близький складу золи-винесення ТЕС).

30 Автори патентів [2, 3] для одержання гранульованих теплоізоляційних матеріалів передбачають використання як в'язучої речовини рідке скло, отримане в результаті гідротермальної обробки водної суспензії мікрокремнезему (39-41 мас. %) - відходу виробництва кристалічного кремнію - з каустичною содою (в перерахунок на Na₂O-5,7-7,4 мас. %) при температурі 80-95 °С й атмосферному тиску; додаткових компонентів (1-4 мас. %): борної кислоти [2], глієжі [3], золи-винесення ТЕЦ [4], для збільшення кислотного модуля силікатних композицій; вода - решта.

40 Спосіб отримання гранульованого теплоізоляційного матеріалу з приведеної сировинної суміші включає приготування суспензії мікрокремнезем, золу-винесення (палену глину, борну кислоту), розчин гідроксиду натрію і воду, дозовані у заданих кількостях, перемішують протягом 1-1,5 хв; отримання високомодульної рідкоскляної композиції гідротермальною обробкою (при 80-95 °С і атмосферному тиску) протягом 10-15 хв сировинної суміші, яку подають в екструдер для забезпечення її порційного надходження в тарілчастий гранулятор. Сформовані сирцеві гранули, опудрені мікрокремнеземом, надходять на термооброблення у сушильний барабан. Термообробка складається з двох стадій: підсушування сирцевих гранул при 100 °С протягом 10 хв і низькотемпературне спучування при 350-400 °С протягом 10 хв.

50 Пропонований комбінований спосіб, описаний у патентах [2-4], дозволяє скоротити тривалість термообробки сирцевих гранул, внаслідок цього відбувається зниження енерговитрат і підвищення якісних характеристик гранульованого теплоізоляційного матеріалу, а залучення у виробництво будівельних матеріалів техногенного великотоннажного відходу золи-винесення ТЕЦ сприяє зниженню екологічної напруженості в регіоні і звільненню корисних площ, зайнятих під відвали.

55 Істотним недоліком наведеного способу є проведення поризації при постійних фіксованих значеннях температури у нагрівальних агрегатах та порушення принципу відповідності швидкості виділення кристалізаційної хімічно зв'язаної води і швидкості формування нової макроструктури композиційних систем.

60 Найближчим аналогом є використання вихідної сировинної суміші і технології для виробництва лужно-силікатного теплоізоляційного матеріалу - "аероскла" ТОВ "Стройэволюция"

[5]. За його регламентом передбачено термооброблення суміші рідкого скла, згущувача (слабко гідратованого силікату натрію, меленої силікат-брили) і водозміцнюючих добавок (водорозчинних солей бору, алюмінію, цинку як найбільш оптимальних форм уведення). Процес одержання такого гранульованого "аероскла" включає гомогенізацію змішуванням складових такої вихідної суміші і наступне термічне оброблення при 110-115 °С. У ході перетворення в'язкість маси значно підвищується і початкова рідка система перетворюється у пластично-тверду масу. Охолоджений до кімнатної температури продукт повністю твердне та набуває крихкості, необхідної для наступного подрібнення. Після подрібнення проводиться його фракціонування й одержання "бісеру". Поризація такого "бісеру" проводиться у киплячому шарі чи у барабанній печі при 350-600 °С. Вища кінцева температура сприяє значному зміцненню поверхневого шару гранул. Тривалість процесу у середньому складає 3-4 год.

За такою схемою виникає низка технологічних проблем, пов'язаних із реологічними й екологічними труднощами введення таким способом у композиційну систему водозміцнюючих добавок, можливість відтворення розмірів і регулярності пор, міцності макроструктури гранул у цілому, зниження внутрішньої напруженості у виробках.

Задачею створення корисної моделі є розробка процесу виготовлення якісних водостійких теплоізоляційних матеріалів із жорсткою поризованою структурою на основі розчинного скла та мінеральних наповнювачів техногенного походження - відходів вуглеенергетичного комплексу, яка відрізняється від аналогів складом вихідної сировинної суміші, послідовністю й режимами формування цільового продукту, технологічним оснащенням.

Запропонована корисна модель є варіантом поєднання і комплексної практичної реалізації взаємопов'язаних, взаємообумовлених вибору складу, вмісту сировинної бази техногенного походження на основі рідкого скла і способу утилізації золи-винесення вуглеенергетичного комплексу шляхом створення водостійких поризованих теплоізоляційних матеріалів широкого призначення за порошковою низькотемпературною технологією з використанням поліфункціональних властивостей рідкого скла - як а) зв'язуючого компонента; б) пороутворювача; в) регулятора швидкості твердіння сирцевої маси.

Поставлена задача вирішується у виготовленні спученого гранульованого теплоізоляційного наповнювача, що включає приготування сировинної суміші змішуванням вихідних порошкоподібних компонентів, наступне "затворення" сирцевої маси розчинним склом, переведення композиційної системи у гелеподібний стан, подрібнення й одержання її окремих фрагментованих елементів та наступне термооброблення досягається використанням технології гарячого спінування сирцевої маси, згідно з корисною моделлю, схема виробництва якого включає: 1) підготовку вихідних складових сировинної суміші перетиранням, розмелюванням, просіюванням через сито (80-315 мкм): золи-винесення ТЕС, лежалого портландцементу, частково обезводненого "сухого скла", висушеного при заданій, згідно із запропонованим регламентом перероблення композиційної системи, температурі (105, 190 °С); 2) приготування наважок складових сировинних порошкових компонентів і дозованого об'єму розчинного скла -"затворювача", згідно з відпрацьованою оптимізованою рецептурою; 3) гомогенізацію порошкових складових сировинної суміші ретельним змішуванням (за допомогою міксерів); 4) "затворення" сировинної маси розчинним склом і перемішування до загущення композиції й утворення стійкого гелю за звичайних умов; 5) механічне фрагментування затверділого пластичного коржа на окремі елементи (прокатуванням перфоруючою скалкою, висічкою, нарізанням, розрубанням, іншими методами) заданих розмірів, форми і конфігурації, з урахуванням коефіцієнта спучення (залежно від особливостей вирішуваних задач; 6) поміщення фрагментованих елементів у футеровану форму з необмеженим об'ємом на термостійкий полімерний піддон окремо, не торкаючись до сусідів; 7) нагрівання зі швидкістю 4-7 град. / хв і переведення речовини гранульованих заготовок у піропластичний стан (110-115 °С, витримка 15 хв, можливе ущільнення) з наступним двостадійним термообробленням - гаряче спінування і відтворення регулярної поризованої структури тіла гранул (130-220 °С, витримка 20 хв), перенесення нелипких заготовок із футерованої форми на термостійкий піддон з подальшим нагріванням до 500-550 °С і їх витримкою (для надання їм задовільної водо- і паростійкості), охолодження й одержання готових виробів.

Згідно з корисною моделлю, сировинна суміш для отримання гранульованого теплоізоляційного наповнювача включає промислове розчинне скло, золу-винесення теплових електростанцій усередненого хімічного складу (див. таблицю 1), лежалий портландцемент і додатково загусник - попередньо підготовлене частково обезводнене затверділе "сухе скло" при наступному співвідношенні складових компонентів:

маси рідкого розчинного скла -"затворювача": сумарної маси твердих порошкових золи-винесення, лежалого портландцементу, загусника =1,35;

маси золи-винесення: маси лежалого портландцементу = 4:1;
загусника -"сухе скло", взятого у межах співвідношення масових частин складових розчинного скла у твердому і рідкому станах від 1:4 до 2:3 (залежно від вибраних способів досягнення поставлених задач).

5

Таблица 1

Хімічний склад золи-виносу теплових електростанцій, мас. %

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Mn ₃ O ₄	TiO ₂	SO ₃	P ₂ O ₅
51,68	16,75	14,47	0,88	4,38	0,35	2,58	0,04	0,86	4,24	0,49

Згідно з корисною моделлю, термічна поризація композиційної системи відбувається у легко розбірних футерованих тонколистовим фторопластом (політетрафторетиленом) формах.

10 У рецептурі для приготування сировинної суміші використовували наступні матеріали:

рідке натрієве скло, виготовлене відповідно до ГОСТ 13078-81;

золу-винесення ТЕС - незгорілий пилоподібний залишок, що утворюється при спалюванні твердого палива (уловлюється електрофільтрами й іншими пристроями) з розміром частинок менше 150 мкм, питомою поверхнею 3,9-4,3 тис. см² / г і насипною густиною 820-988 кг/м³, властивості якого відповідають вимогам ДСТУ Б В.2.7-205:2009;

15 водозміцнюючу складову - портландцемент, що пролежав тривалий час в умовах неналежного зберігання (комкований, закам'янілий). (Вихідний цемент на основі портландцементного клінкера, ПЦ І-400, властивості якого нормуються документом ДСТУ Б В.2.7-46:2010).

20 При формуванні складу сировинної суміші були враховані результати покращення водостійкості лужно-силікатних композицій шляхом заміни водозміцнюючих складових двокальцієвого силікату на лежалий портландцемент [6].

У розробці для регулювання швидкості твердіння композиційної системи залежно від цільового завдання і з метою відтворення характеристик продуктів використано комплексне варіювання її властивостей: 1) зміщенням рівноваги процесів обезводнювання дисперсних систем додаванням менш гідратованих форм рідкого скла (висушеного при: а) 105 °С; б) 190 °С);

30 2) зміною ступеня диспергування тертого "сухого скла" (класифікуванням, просіюванням через сито менше 315 мкм); 3) зміною маси його дозування (кращі результати одержані при додаванні 20-40 мас. % від загальної маси, використаного для "затворення" рідкого скла); 4) уведенням регламентування у процеси фрагментування затверділої оброблюваної маси при формуванні грануляту і наступного його гарячого спінювання.

35 Паралельно з розробкою рецептури опробувалась технологія виготовлення зразків. Визначальним при цьому було, на відміну прототипу [5], виключення стадії гранулювання сировинної маси після термооброблення 110-115 °С і використання герметичних закритих форм при їх температурному відпалі.

Сирцева маса, приготовлена за оптимізованою рецептурою, на відміну від розглянутих аналогів починає тверднути за звичайної температури вже з моменту її "затворення" розчинним склом і утворює тістоподібний корж із необхідними заданими властивостями для наступного фрагментування.

40 Запропонована сировинна суміш дозволяє також обійти труднощі, пов'язані з сушкою в'язкої рідкоскляної маси від великого вихідного вмісту води (56-62 %) до значення вмісту води 33-38 %, необхідного для одержання жорсткого гідрогелю, здатного до термічного спучування.

45 Оптимізована рецептура приготування сирцевої суміші дозволяє перероблення композицій різними способами з формуванням термоізоляційних матеріалів широкого призначення. Важливою передумовою їх відтворення з оптимальними характеристиками властивостей є строге виконання регламентних вимог, установлених попередніми емпіричними дослідженнями.

50 Використання двостадійної схеми перероблення в технології приготування пористого гранульованого теплоізоляційного наповнювача зумовлюють: 1) характер і особливості поведінки складових компонентів рідко-скляних композиційних систем у ході термооброблення, виявлення ними сильної адгезії по відношенню до більшості конструкційних матеріалів; 2) необхідність розв'язання питання легкого видалення заготовок із оснастки формування; 3) вибір способу футерування внутрішніх поверхонь розбірних форм оснащення; 4) термофізичні і хімічні властивості використаного матеріалу футеровки.

Вищеописана сукупність істотних ознак дозволяє отримати від використання корисної моделі сировинну суміш оптимального складу для приготування поризованого силікатного теплоізоляційного матеріалу широкого призначення із застосуванням сировини техногенного походження на основі рідкого скла і способу утилізації золи-винесення вугільно-енергетичного комплексу.

Як приклад запропоновано гранульований наповнювач, котрий здатний у значній мірі замінити керамзит, гранульований пінополістирол в елементах огорожувальних конструкцій, у легких бетонах і розчинах тощо і суттєво знизити вагу елементів конструкцій та підвищити опір теплопередачі.

Можливості практичної реалізації запропонованої корисної моделі наочно демонструють зображення зразків виробів гранульованих теплоізолюючих наповнювачів, одержаних за оптимізованою рецептурою з фрагментуванням сирцевої маси різними способами і наступним термообробленням у вищевказаних режимах у конструкціях футерованих форм без обмеження об'єму формування:

нарізанням ізорозмірних елементів:

а) зовнішній вигляд (Фіг. 1);

б) поризована структура матеріалу виробів (Фіг. 2);

висічкою елементів із пластичного затверділого сирцевого коржа заданої сформованої товщини:

а) зовнішній вигляд (Фіг. 3);

б) макроструктура матеріалу виробів (Фіг. 4, 5);

із заготовок, сформованих в окремих розбірних формах (Фіг. 6).

Джерела інформації:

1. Горлов Ю.П. Технология теплоизоляционных и акустических материалов и изделий. - М.: Высшая школа, 1989. - 384 с.

2. Патент РФ № 2220927, МКИ С04В 28/26. Сырьевая смесь и способ получения гранулированного теплоизоляционного материала / Т.Н. Радина, М.Ю. Иванов. - Заявл. 19.04.2002; Опубл. 10.01.2004.

3. Патент РФ № 2220928, МКИ С04В 28/26. Сырьевая смесь и способ получения гранулированного теплоизоляционного материала / Т.Н. Радина, М.Ю. Иванов. - Заявл. 29.04.2002; Опубл. 10.01.2004.

4. Патент РФ № 2246463 МПК С04В 28/26. Сырьевая смесь и способ получения зернистого теплоизоляционного материала / Т.Н. Радина, А.И. Кудяков, М.Ю. Иванов. - Заявл. 22.10.2003; Опубл. 20.02.2005.

5. Малявский Н.И. Аэроостекло - новый щелочно-силикатный пеноматериал / Н.И. Малявский, Б.В. Покидько, Л.И. Шумаков // Кровельные и изоляционные материалы. - 2007. - № 1. - С. 28-30.

6. Малявский Н.И., Зверева В.В. Кальций-силикатные отвердители жидкого стекла для получения водостойких щелочно-силикатных утеплителей ISSN 1994-0351 // Интернет-вестник ВолгГАСУ. - 2015. - Вып. 2 (38). - Режим доступа: www.vestnik.vgasu.ru.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб виготовлення спученого гранульованого теплоізоляційного наповнювача, що включає приготування сировинної суміші змішуванням вихідних порошкоподібних компонентів, наступне "затворення" сирцевої маси розчинним склом, переведення композиційної системи у гелеподібний стан, подрібнення й одержання її окремих фрагментованих елементів та наступне термооброблення, який **відрізняється** тим, що виготовлення вказаного матеріалу включає: 1) підготовку вихідних складових сировинної суміші перетиранням, розмелюванням, просіюванням через сито (80-315 мкм): золи-винесення ТЕС, лежалого портландцементу, частково обезводненого "сухого скла", висушеного при заданій, згідно із запропонованим регламентом перероблення композиційної системи, температурі (105 °С, 190 °С); 2) приготування наважок складових сировинних порошкових компонентів і дозованого об'єму розчинного скла- "затворювача", згідно з відпрацьованою оптимізованою рецептурою; 3) гомогенізацію порошкових складових сировинної суміші ретельним змішуванням; 4) "затворення" сировинної маси розчинним склом, перемішування до загущення композиції й утворення стійкого гелю за звичайних умов; 5) механічне фрагментування затверділого пластичного коржа на окремі елементи заданих розмірів, форми і конфігурації, з урахуванням коефіцієнта спучення (залежно від особливостей вирішуваних задач); 6) поміщення фрагментованих елементів у футеровану форму з необмеженим об'ємом на термостійкий полімерний піддон окремо, не торкаючись до

5 сусідів; 7) нагрівання зі швидкістю 4-7 град./хв і переведення речовини гранульованих заготовок у піропластичний стан (110-115 °С, витримка 15 хв, можливе ущільнення) з наступним двостадійним термообробленням - гаряче спінювання і відтворення регулярної поризованої структури тіла гранул (130-220 °С, витримка 20 хв), перенесення неліпких заготовок із футерованої форми на термостійкий піддон з подальшим нагріванням до 500-550 °С і їх витримкою (для надання їм задовільної водо- і паростійкості), охолодження й одержання готових виробів.

10 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що включає перероблення оптимізованої сировинної суміші, як наповнювач використовують кремнеземвмісну компоненту техногенного походження - золу-винесення теплових електростанцій усередненого хімічного складу (мас. %),

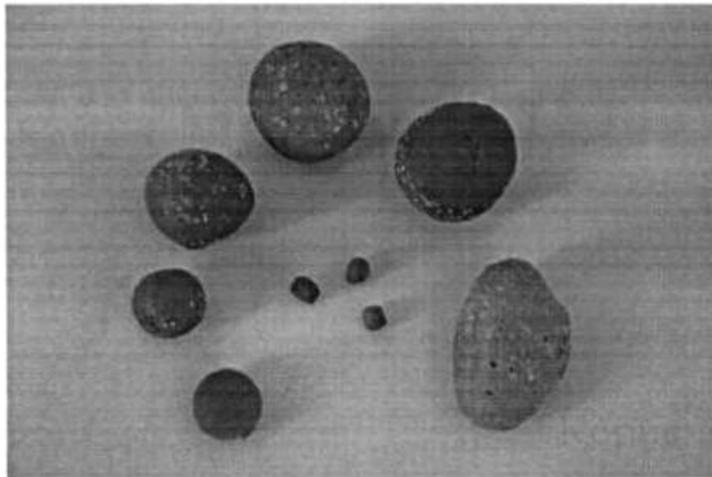
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Mn ₃ O ₄	TiO ₂	SO ₃	P ₂ O ₅
51,68	16,75	14,47	0,88	4,38	0,35	2,58	0,04	0,86	4,24	0,49

як водозміцнюючу складову - лежалий портландцемент, а як спеціальну добавку-загусник - попередньо підготовлене частково обезводнене затверділе "сухе скло" при наступному співвідношенні складових компонентів:

15 маси рідкого розчинного скла-"затворювача":сумарної маси твердих порошкових золи-винесення, лежалого портландцементу, загусника = 1,35;
маси золи-винесення:маси лежалого портландцементу = 4:1

20 та використанні у рецептурі залежно від цільового призначення продукту висушеного термообробленням при заданій температурі (105 °С, 190 °С), подрібненого, перетертого й класифікованого за розміром частинок просіюванням (сито, 80-315 мкм) "сухого скла", взятого у кількості, достатній для варіювання швидкості твердіння композиційної системи - в межах співвідношення масових частин складових розчинного скла у твердому і рідкому станах від 1:4 до 2:3.

25 3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що термічна поризація композиційної системи відбувається у легко розбірних футерованих тонколистовим фторопластом (політетрафторетиленом) формах.



Фіг. 1

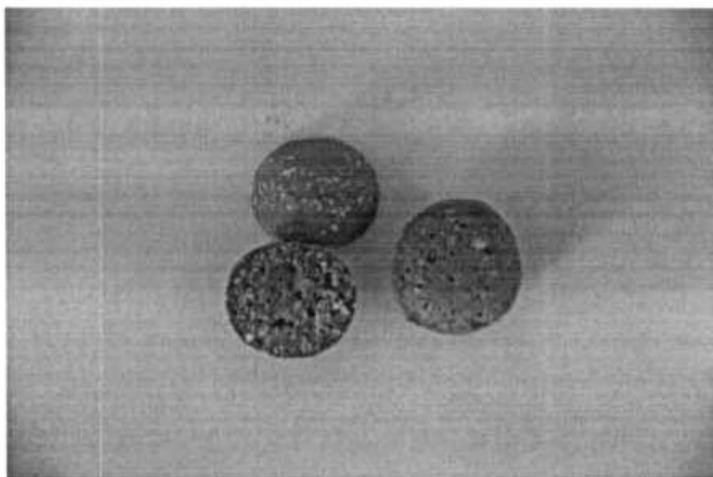


Fig. 2

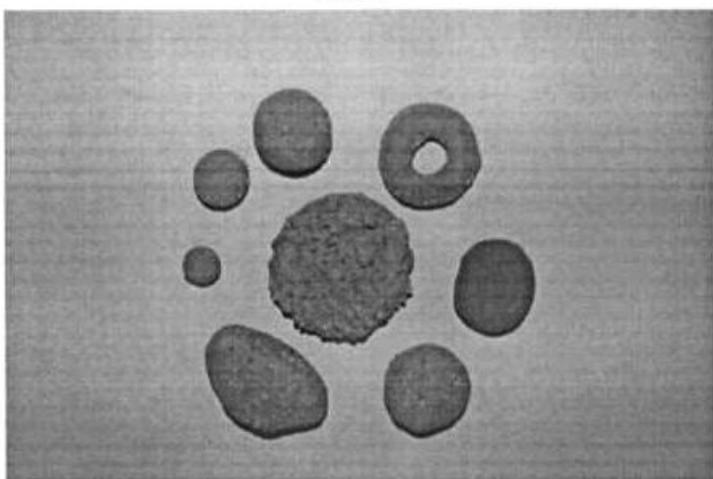
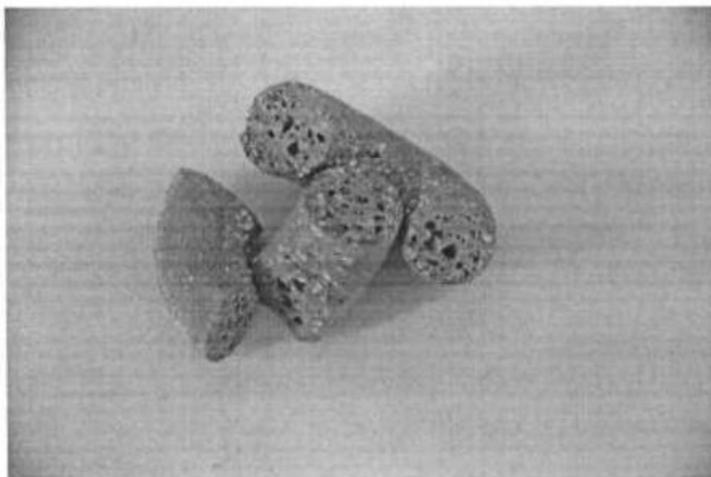


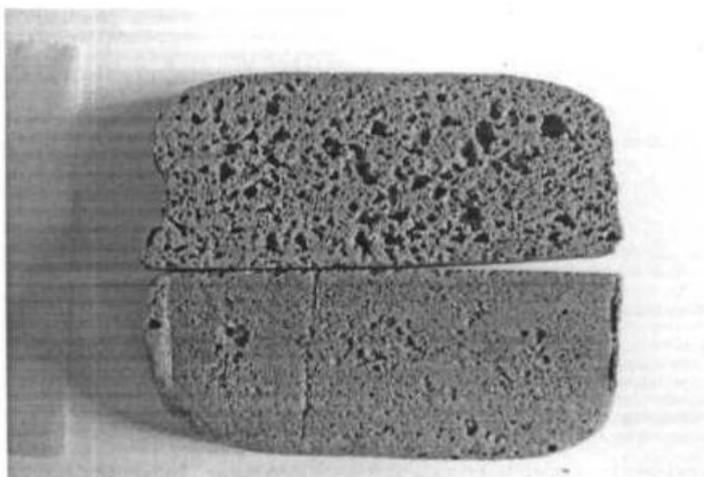
Fig. 3



Fig. 4



Фіг. 5



Фіг. 6

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601