


**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования «Российский химико-технологический университет  
имени Д.И. Менделеева»**

На правах рукописи



**Зин Мин Хтет**

**Композиционные материалы на основе  
жидкостекольного связующего для  
теплоизоляции**

05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва - 2020

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» на кафедре общей технологии силикатов.

Научный руководитель

Кандидат технических наук, доцент

**Тихомирова Ирина Николаевна**

доцент кафедры общей технологии силикатов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»

Официальные  
оппоненты:

Доктор технических наук, профессор

**Косенко Надежда Федоровна**

профессор кафедры технологии керамики и наноматериалов (ТКиН) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования "Ивановский государственный химико-технологический университет"

Кандидат технических наук, доцент

**Сафронова Татьяна Викторовна**

старший научный сотрудник кафедры неорганической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»

Ведущая организация:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет» (НИУ МГСУ)

Защита состоится «23» октября 2020 года в 12-00 часов на заседании диссертационного совета РХТУ.Р.03 федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (125047, г. Москва, Миусская пл., д. 9) в конференц-зале (ауд.443).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Автореферат диссертации разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2020 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета

РХТУ.Р.03, доктор технических наук, профессор



Потапова Е.Н.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы** обусловлена тем, что в настоящее время в различных отраслях экономики тепловая изоляция играет важную роль. С ее помощью решаются важные вопросы жизнеобеспечения, организации технологических процессов, экономии энергоресурсов. Строительная индустрия, теплоэнергетика, металлургия, кораблестроение, жилищно-коммунальное хозяйство испытывают потребность в современных эффективных теплоизоляционных материалах. На рынке представлен широкий спектр эффективных, с точки зрения теплозащитных свойств, теплоизоляционных материалов органического характера. Однако они имеют существенные недостатки — горючесть и выделение при горении удушливых газов, невысокая коррозионная стойкость, недолговечность, а также низкие механические свойства и стойкость к воздействию высоких температур, что существенно ограничивает области их применения. В связи с этим разработка составов и технологии получения абсолютно негорючих, пожаробезопасных изделий с высокими теплозащитными свойствами и способных выдерживать длительное воздействие высоких (до  $1000^{\circ}\text{C}$ ) температур без потери свойств на основе минеральных наполнителей и неорганических связующих является актуальной проблемой. Использование для этого вяжущих материалов гидратационного твердения не позволяет достичь этой цели, так как при действии высоких температур они активно дегидратируются и подвергаются деструкции. Всем этим требованиям отвечают теплоизоляционные материалы на основе дополнительно вспененного химически отвержденного жидкого стекла (ЖС) и различных легких наполнителей. Кроме того, эти материалы могут производиться по достаточно простой, с аппаратурной точки зрения, технологии на доступном и дешевом сырье в связи с чем их себестоимость не высока. В тоже время в отличие от органополимерной теплоизоляции они абсолютно негорючие, как и пенобетоны на портландцементе.

**Цель настоящей работы:** Разработка способов получения и составов теплоизоляционных материалов на основе механически вспененного, объемно отвержденного жидкого стекла и минеральных наполнителей.

Для достижения поставленной цели были сформулированы и решены следующие **задачи:**

1. Оптимизация параметров технологии вспенивания растворов ЖС по величине кратности пены и ее устойчивости в зависимости от вида и концентрации пенообразователя, модуля и плотности ЖС, а также от времени и интенсивности вспенивания и выявление основных факторов, влияющих на этот процесс.
2. Исследование влияния вида и количества легких и волокнистых минеральных наполнителей на технологические свойства материалов на основе вспененного и объемно отвержденного ЖС и оптимизация составов, позволяющая получать эффективные теплоизоляционные изделия.
3. Изучение влияния вида и количества органических добавок-модификаторов ЖС на эксплуатационные свойства композиционных материалов.

### **Научная новизна**

1. Установлена и количественно описана связь между составом натриевых ЖС и полимерной структурой кремнекислородных анионов (ККА), а также между средневзвешенной степенью полимеризации ККА ( $N_{\text{ср}}$ ) и поверхностным натяжением ( $\sigma$ ) раствора силиката натрия, которые играют ведущую роль при вспенивании вяжущего. Установлено, что  $N_{\text{ср}}$  возрастает с ростом концентрации силиката и увеличением модуля ЖС. Влияние  $N_{\text{ср}}$  на  $\sigma$  становится значимым лишь при увеличении доли полимерной фракции до 70% и выше.

2. Установлены зависимости величин  $\sigma$  и коэффициента вспенивания ( $K_v$ ) от состава ЖС и концентрации пенообразователя ( $C_{по}$ ). Определено, что вспенивание в основном определяется  $C_{по}$  и плотностью ЖС, при этом модуль в диапазоне его значений от 2,3-3,0 существенного влияния на вспенивание не оказывает.
3. Исследована возможность объемного отверждения ЖС с помощью различных отвердителей. С точки зрения скоростей схватывания и твердения, формовочных свойств и прочности затвердевших пен оптимальным отвердителем является  $Na_2SiF_6$ .
4. Исследована возможность применения различных пенообразователей для ЖС и их концентрации, позволяющие получать устойчивые пены, а также установлены зависимости  $K_v$  от силикатного модуля, плотности ЖС, его поверхностного натяжения и условий вспенивания. Оптимальным пенообразователем является ПБ-Люкс при его концентрации 4-6% от массы ЖС, оптимальный коэффициент вспенивания — 4-5.
5. Исследована возможность использования легких и игольчатых минеральных наполнителей в сочетании со вспененным жидкостекольным связующим для получения теплоизоляционных материалов и определены для каждого оптимальные области составов. Установлено, что по предлагаемой технологии на основе разных наполнителей можно получать широкий спектр материалов с тем комплексом характеристик, которые определяются требованиями к теплоизоляции и условиями их службы.
6. Подобраны вид и количество добавок, модифицирующих ЖС, и не мешающих пенообразованию, которые позволяют повысить прочность и предотвратить трещинообразование конечного материала, не снижающих при этом его теплозащитных свойств. Наиболее эффективной добавкой является полиметилсилоксан марки ПМС-50 в количестве 1-1.5%, которая обеспечивает повышение прочности на разных наполнителях в среднем в 8-10 раз.

#### **Практическая значимость работы**

Разработанные технологические приемы получения пористых материалов на основе установленных оптимальных составов, содержащих объемно отвержденное вспененное жидкостекольное вяжущее, а также различные природные и искусственные легкие и игольчатые наполнители могут быть использованы для разработки технологии производства эффективных минеральных теплоизоляционных изделий, отличающихся негорючестью, огнестойкостью до 900°C, коррозионной стойкостью, водо- и биостойкостью, и в силу доступности сырья и невысоких энергетических и материальных затрат, способных успешно конкурировать с имеющимися на рынке материалами подобного класса.

#### **Положения, выносимые на защиту**

1. Технологические основы получения негорючих теплоизоляционных материалов на основе механически вспененного и химически отвержденного ЖС и различных наполнителей.
2. Математическое описание и анализ значимости факторов, влияющих на процесс механического вспенивания ЖС.
3. Области оптимальных составов сырьевых масс на основе легких и волокнистых наполнителей и способы вспенивания, обеспечивающих получение материалов с желаемым комплексом свойств.
4. Механические и теплозащитные характеристики готовых продуктов, а также особенности их микроструктуры.
5. Влияние добавок, модифицирующих жидкое стекло, на комплекс свойств теплоизоляционного материала.

**Личный вклад** Автор работы принимал непосредственное участие в планировании, разработке и постановке методик эксперимента, изготовлении экспериментальных образцов

и аналитическом контроле их свойств, подготовке и оформлении материалов исследований к публикации в научных изданиях и докладах на конференциях.

Исследования выполнены за время обучения в очной аспирантуре в период 2015–2019 гг. ФГБОУ ВО Российском химико-технологическом университете им. Д.И. Менделеева.

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.17.11 - технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

**Апробация результатов** Основные положения и результаты настоящих исследований докладывались на различных Российских, Российских с международным участием и международных конференциях: «XIII Международной конференции молодых ученых по химии и химической технологии «МКХТ-2017»» (Москва, 2017 г.), «XXII Международный научный симпозиум имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых «проблемы геологии и освоения недр»» (Томск, 2018 г.), «Современные технологии композиционных материалов» (Уфа, 2018 г.), «XIV Международном конгрессе молодых ученых по химии и химической технологии «МКХТ-2018»» (Москва, 2018 г.), «ICCMC 2018: 20th International Conference on Ceramic Materials and Components» (Rome, Italy, 2018).

**Публикации:** По материалам диссертационного исследования опубликовано 8 научных работ, в том числе 3 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК и Scopus.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, выводов и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 146 страницах машинописного текста, содержит 39 таблиц, 51 рисунок. Список литературы включает 126 работ отечественных и зарубежных авторов.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

### **ВВЕДЕНИЕ**

Во введении охарактеризовано общее состояние проблемы и обоснована актуальность темы диссертационной работы, приведены цели и задачи исследования, показаны научная новизна и практическая значимость работы. Сформулированы положения, выносимые на защиту.

### **1. Аналитический обзор**

В первой главе осуществлены общие сведения о теплоизоляционных материалах, их классификация и структура, рассмотрен спектр легких наполнителей с указанием их свойств, использование ЖС в качестве минерального вяжущего и анализ имеющихся данных о теплоизоляционных композиционных материалах на основе ЖС. Также рассмотрены теоретические основы пенообразования в водных системах и влияние различных факторов на этот процесс.

### **2. Методическая часть**

В методической части описаны сырьевые материалы, использованные в настоящем исследовании, методы анализа ЖС (состав, анионная структура, плотность, поверхностное натяжение), методы анализа минералогического сырья (определение минералогического состава и определение дисперсности порошков наполнителей), методы исследований образцов теплоизоляционных материалов (кажущаяся плотность, истинная плотность, пористость, коэффициент теплопроводности, прочность на сжатие, микроструктура образцов). Показана принципиальная схема приготовления образцов теплоизоляционного материала, предусматривающая дозирование в ЖС отвердителя, пенообразователя и модифицирующих добавок (при необходимости). Затем эта масса интенсивно взбивалась с помощью миксера. После получения устойчивой пены в нее постепенно вмешивали наполнитель, следя за тем, чтобы не происходило снижения объема пены и расслаивания массы. Масса заливалась в формы и образцы твердели в естественных условиях.

### 3. Экспериментальная часть.

При планировании исследований в соответствии с целью работы предполагалось, что должен быть разработан эффективный теплоизоляционный материал с коэффициентом теплопроводности ( $\lambda$ ) не выше 0,25 Вт/м·К и прочностью не менее 0,5-1,0 МПа. При этом он должен быть экологичным, водостойким и не только абсолютно негорючим, но и выдерживать воздействие высоких температур. Технология получения материала и изделий из него должна быть простой, а сырьевые материалы были доступны иметь относительно не высокую стоимость, что позволит ему конкурировать с другими теплоизоляционными материалами. В связи с этим мы ориентировались на минеральное сырье, литьевой способ формования, что позволяет получать изделия самой разной конфигурации на основе безобжиговой технологии.

#### 3.1 Отверждение жидкого стекла и его вспенивание

##### 3.1.1 Исследование анионного состава натриевого жидкого стекла

Жидкое стекло в зависимости от силикатного модуля ( $M$ ) и плотности является одновременно коллоидным и истинным водным раствором неорганических полимеров с гидратированными мономер-катионами (натрия или калия) и кремнекислородными анионами в мономерной, олигомерной и полимерной формах, находящихся между собой в состоянии концентрационного равновесия. В используемых натриевых ЖС было определено масс-молекулярное распределение кремнекислородных анионов (ММР ККА) с помощью кинетического молибдатного анализа, а также определена величина средневзвешенной степени полимеризации  $N_{cp}$ . Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1. Масс-молекулярное распределение кремнекислородных анионов в ЖС

ММР ККА	Характеристики жидкого стекла – модуль ( $M$ ) и плотность ( $\rho$ , г/см <sup>3</sup> )									
	M=2,39; $\rho = 1,240$		M=2,55; $\rho = 1,269$		M=2,93; $\rho = 1,385$		M=2,93; $\rho = 1,40$		M=2,93; $\rho = 1,485$	
	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%
мономеры	1	0	1	1,25	1	0	1	1,27	1	0,77
димеры	2	0	2	0	2	0	2	1,35	2	0
олигомеры	15,92	49,23	11,95	48,56	13,07	21,30	10,92	18,5	12,93	19,74
полимеры	41,87	50,77	62,03	50,19	41,62	78,70	45,01	78,88	72,75	79,49
$N_{cp}$	29,10		36,95		35,12		37,56		60,39	

Анионы в растворе натриевого ЖС представлены в основном олигомерной и полимерными фракциями ККА, мономерные анионы и димеры либо вообще отсутствуют, либо их количество крайне мало. Олигомерная составляющая представлена анионами, состоящими из 10-15 кремнекислородных тетраэдров, полимерные анионы содержат примерно от 40 до 80 кремнекислородных тетраэдров. ККА ( $N_{cp}$ ) зависит от модуля ЖС и его плотности, увеличиваясь с ростом этих факторов. Именно концентрация силиката оказывает более существенное влияние на анионный состав, особенно для высокомодульного стекла. Анионная структура имеет определяющее значение для таких свойств стекла как вяжущая способность, вязкость и поверхностное натяжение, которые все вместе позволяют получать пеномассы, которые при затвердевании образуют пористую матрицу с минимальной прочностью.

##### 3.1.2 Выбор отвердителя

Отверждение ЖС реализуется при образовании жесткой сетки геля кремниевой кислоты и стеклообразных гидросиликатов. Эти процессы могут протекать как самопроизвольно (в результате высыхания), когда преимущественно образуются легкорастворимые гидросиликаты щелочного металла, но материал при этом не обладает водостойкостью. При химическом отверждении в результате реакции нейтрализации содержащийся в жидком стекле кремнезем расходуется на образование кремнегеля,

гидросиликатов, и других продуктов взаимодействия щелочных силикатов с отвердителями. Сравнивая различные типы отвердителей, установлено, что оптимальным отвердителем является традиционный  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , который обеспечивает удовлетворительные сроки схватывания, прочность, удобоукладываемость масс и является сравнительно недорогим и доступным компонентом. Поэтому в дальнейших экспериментах использовался только он.

### 3.1.3 Вспенивание жидкого стекла

Сам ксерогель кремневой кислоты обладает развитой микропористостью, но для повышения теплоизоляционных свойств таких материалов предлагается дополнительная поризация связующего. Пластично-вязкое состояние связующего позволяет эффективно поризовать ее в процессе интенсивного механического перемешивания в присутствии поверхностно-активных веществ (ПАВ) в оптимальной дозировке. Процесс насыщения воздухом минеральной суспензии тонкодисперсного наполнителя в ЖС обусловлен снижением поверхностного натяжения на границе раздела жидкость-газ при введении в систему ПАВ. Эффективность вспенивания и поровая структура определяются следующими факторами — модулем и водосодержанием самого ЖС, которые определяют его плотность, вязкость и поверхностное натяжение, видом и концентрацией пенообразователя, а также режимом вспенивания (скоростью, интенсивностью и длительностью перемешивания).

Величину поверхностного натяжения ( $\sigma$ ) определяли по методу сидячей капли. Для ЖС, измерены значения  $\sigma$  и установлена зависимость этой характеристики от величины средневзвешенной степени полимеризации кремнекислородных анионов (ККА) (рис. 1). Пока величина  $N_{\text{ср}}$  не превышает  $\approx 30$  единиц (то есть пока доля олигомерных и полимерных фракций ККА находится на уровне 40-50%) влияние структуры ККА на  $\sigma$  не существенно. При увеличении доли полимерной фракции до 70% и выше рост  $N_{\text{ср}}$  приводит к резкому возрастанию  $\sigma$  раствора ЖС. Этот факт необходимо учитывать при выборе ЖС, поскольку при слишком высоких значениях  $\sigma$  добиться высоких коэффициентов вспенивания можно только при использовании мощных пеногенераторов.

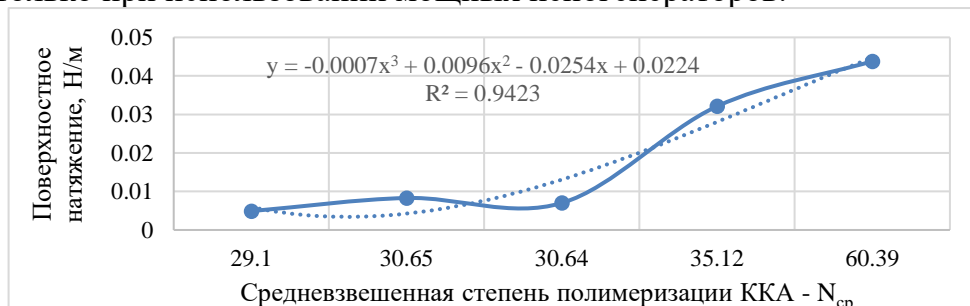


Рис.1. Влияние  $N_{\text{ср}}$  анионов в растворах натриевого ЖС на поверхностное натяжение

В большей части экспериментов использовали пенообразователь «ПБ-Люкс», поскольку в среде ЖС он оказался наиболее эффективен, поскольку понижает поверхностное натяжение в среднем 3-5 раз при концентрации 5-6%, результаты приведены в табл. 2.

Таблица 2. Влияние пенообразователя ПБ-Люкс, плотности и модуля ЖС на величину  $\sigma$

Бездобавочное жидкое стекло			ЖС с добавкой пенообразователя ПБ-Люкс	
Плотность $\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	M – модуль	Поверхностное натяжение, Н/м	Количество ПБ-Люкс, % от массы жидкого стекла	Поверхностное натяжение, Н/м
1240	2,39	0,0049	5,6	0,0015
1240	2,93	0,0083	5,1	0,0015
1269	2,55	0,0070	5,6	0,0021
1385	2,93	0,0321	5,3	0,0045
1485	2,93	0,0438	5,0	0,0203

На основе массива экспериментальных данных было рассчитано уравнение регрессии по методу наименьших квадратов, связывающее величину поверхностного натяжения ЖС –  $\sigma$  (Н/м) с его модулем – M и его плотностью –  $\rho$  (кг/м<sup>3</sup>):

$$\sigma = -0.2028 + 0.00999 M + 0.147 \rho \quad 1$$

Коэффициент множественной корреляции уравнения — 0,995, а коэффициент детерминации —  $R^2 = 0,99$ . Метод математического анализа позволил выявить фактор, который оказывает наибольшее влияние на  $\sigma$ . Это величина плотности ( $\rho$ ), которая при одинаковом модуле зависит только от степени разбавления ЖС. Установлено, что величины  $\rho$  и  $\sigma$  должны оптимальными. При слишком низких значениях этих характеристик пена получается крупнопористой, неустойчивой и с невысокой несущей способностью, то есть легко разрушается при введении наполнителей. При слишком высоких значениях — пенообразование затруднено. Так, при плотности ЖС выше  $1,49 \text{ г/см}^3$  даже в присутствии пенообразователя не удастся добиться высоких значений коэффициента вспенивания —  $K_v$ .

$$\text{Уравнение: } \sigma = -0.1319 + 0.00218 M + 0.1096 \rho - 0.00244 C_{\text{ПАВ}} \quad 2$$

связывает величину поверхностного натяжения ЖС —  $\sigma$  (Н/м) с его модулем —  $M$ , плотностью —  $\rho$  ( $\text{кг/м}^3$ ) и концентрацией ПАВ —  $C_{\text{ПАВ}}$  (% от массы ЖС). Для него коэффициент детерминации  $R^2 = 0.8505$ . Установлено, что параметры модели статистически значимы и наибольшее влияние на поверхностное натяжение оказывает плотность раствора, затем следуют концентрация пенообразователя и модуль ЖС. Установлено, что увеличение объема массы нарастало по мере взбивания пены в течение 2 минут, дальнейшее перемешивание не целесообразно. Коэффициент вспенивания зависит также от концентрации вспенивающей добавки (рис. 2-3). С ростом концентрации пенообразователя вплоть до 8%  $K_v$  увеличивается, а выше этой концентрации кратность пены уже не нарастает. Кроме того, слишком плотное стекло даже при высоких концентрациях пенообразователя не образует пены с кратностью выше 2-3. Для получения пеномассы с достаточно высокой пористостью плотность должна быть ниже  $1,38 \text{ г/см}^3$ . Но, с другой стороны, слишком разбавленное ЖС с плотностью ниже  $1,25 \text{ г/см}^3$  не обеспечит удовлетворительной прочности материала.

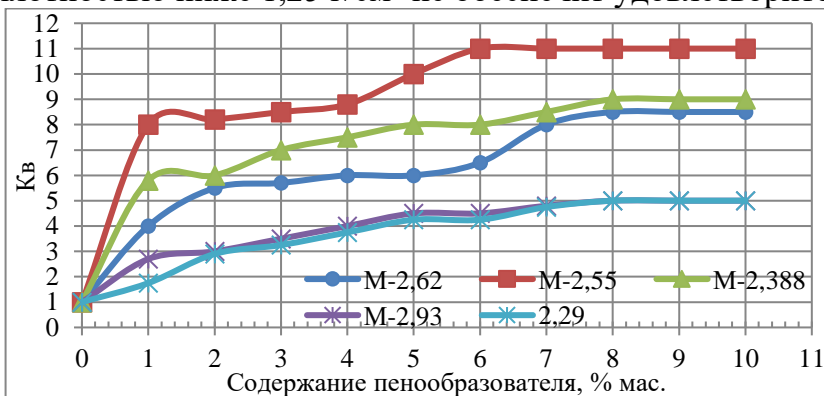


Рис.2. Зависимость коэффициента вспенивания от концентрации пенообразователя для стекол с разным модулем и схожей плотностью: а-  $M=2,62$  и  $\rho=1,335 \text{ г/см}^3$ , б-  $M=2,55$  и  $\rho=1,269 \text{ г/см}^3$ , в -  $M=2,388$  и  $\rho=1,240 \text{ г/см}^3$ ,  $M=2,93$  и  $\rho=1,385 \text{ г/см}^3$

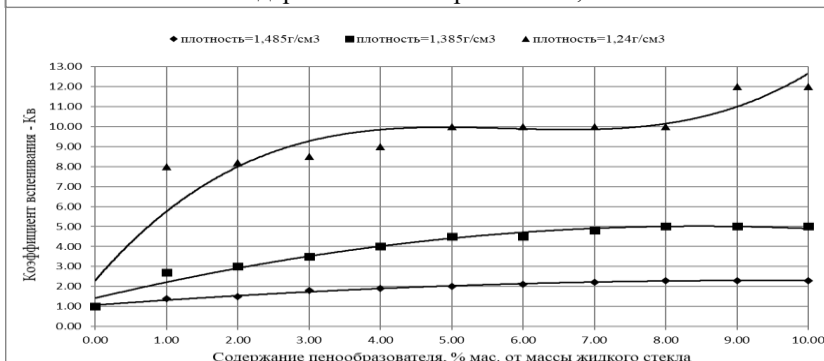


Рис.3. Зависимость коэффициента вспенивания от концентрации пенообразователя для стекол с модулем 2,93 и разной плотностью

На основе всего массива экспериментальных данных (88 экспериментов) было рассчитано уравнение регрессии по методу наименьших квадратов, связывающее величину коэффициента вспенивания —  $K_v$  с модулем ЖС —  $M$ , его плотностью —  $\rho$  ( $\text{кг/м}^3$ ) и концентрацию пенообразователя —  $C_{\text{по}}$  (% от массы ЖС):

$$K_v = 41.0332 - 0.7162M - 26.414 \rho + 0.4473 C_{\text{по}} \quad 3$$



Рассчитанный критерий Фишера (110,247 при табличном значении 2,68) свидетельствует о том, что уравнение регрессии статистически надежно. Наибольшее влияние на результат  $K_v$  оказывает фактор  $C_{\text{по}}$ . Анализ приводит к выводу, что в исследованном диапазоне факторов вспенивание в основном определяется концентрацией пенообразователя и плотностью ЖС, которая при данном модуле определяется концентрацией силиката натрия в растворе ЖС. При этом модуль в диапазоне его значений от 2,3-3,0 существенного влияния на вспенивание не оказывает. Необходимо отметить, что стремиться к максимальному вспениванию не стоит, поскольку такие рыхлые пены менее устойчивы и легко «салятся» при введении в нее наполнителя. Кроме того, слишком рыхлые пены в итоге дают мало прочный материал.

### 3.2 Теплоизоляционные материалы на основе легких наполнителей и вспененного жидкого стекла

Для получения высокопористых эффективных теплоизоляционных материалов необходимо, чтобы и наполнитель был легким и пористым. Выбор таких материалов на рынке достаточно широк, но мы ограничились только сырьем минерального характера. Далее будут последовательно рассмотрены результаты экспериментов с использованием в композициях со вспененным жидким стеклом трепела, вермикулита и перлита.

#### 3.2.1 Теплоизоляционные материалы на основе вспененного ЖС и трепела

В этом разделе рассмотрена возможность использования в качестве наполнителя трепела, поскольку он обладает малой насыпной массой и является близким по составу к матрице – ксерогелю кремневой кислоты. В качестве пенообразователя использовался состав марки «Пионер-118». В эксперименте варьировалось соотношение «трепел/ЖС». При этом получалась достаточно мелкопористованная, но не очень устойчивая пена. Пористованная масса заливалась в формы и твердела по двум режимам: 1 режим – обычный режим твердения при комнатной температуре в течение 7 суток, затем образцы досушивались при температуре 100 °С до постоянной массы; 2 режим – твердение в сушильном шкафу при температуре 70 - 100°С в течение 4 часов, а затем выдержка образцов в течение 4 часов при 200°С. Составы образцов, режимы их твердения и характеристики материала приведены в табл.3.

Таблица 3. Свойства теплоизоляционных материалов на основе трепела

Состав материала ЖС/ $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ / трепел/ Пенообразователь/	Режим №	Каж.плот ность, $\text{г}/\text{см}^3$	Откр.пор истость, $\text{П}_0, \%$	Водопог лощение $W, \%$	Ризг, МПа	Рсж, МПа	Кэфф. Раз-ния Кр	$\lambda, \text{Вт}/\text{м}\cdot\text{К}$
47,3/7,1/38,5/7,1	1	1,33	36,33	24,84	1,70	3,68	0,44	0,250
47,3/7,1/38,5/7,1	2	1,25	43,83	37,03	1,81	3,48	0,43	0,279
61,2/9,2/20,4/9.2	1	1,01	48,49	55,52	0,89	3,29	0,51	0,232
61,2/9,2/20,4/9.2	2	0,78	48,45	57,87	0,75	1,63 усадка	0,69	0,270
55,6/8,3/27,8/8,3	1	0,912	48,63	59,1	0,84	0,79 усадка	0,5	0,225
55,6/8,3/27,8/8,3	2	0,83	48,36	60,2	0,81	2,63	0,58	0,215

Такие материалы по соотношению прочностных характеристик, плотности и теплопроводности можно отнести к конструктивно-теплоизоляционным. При этом величина  $\lambda$  не слишком зависел от соотношения трепела и ЖС и изменялся в пределах 0,21 – 0,27 Вт/м<sup>3</sup>. Образцы, приготовленные по режиму 2 были в большей степени высушены и показали более низкий коэффициент теплопроводности ( $\lambda$ ), который в исследуемом диапазоне мало изменялся в зависимости от соотношения «ЖС/трепел» (от 0,1 до 0,14 Вт/м·К) для ЖС с плотностью 1,30 г/см<sup>3</sup> и от 0,82 до 0,115 Вт/м·К для ЖС с плотностью  $\rho=1,35$  г/см<sup>3</sup>. Вероятно теплопроводность матрицы ксерогеля кремневой кислоты и теплопроводность трепела близки, поэтому от количественного соотношения «ЖС/трепел»

теплопроводность системы зависит не существенно. По химической природе оба материала являются крайне пористыми материалами. Кажущаяся плотность материала достаточно сильно зависела от соотношения «ЖС/трепел», но в целом находилась в пределах  $0,8 - 1,3 \text{ г/см}^3$ . Для данной плотности и теплопроводности уровень прочностных характеристик оказался вполне достаточным: предел прочности на сжатие  $2,6 - 3,7 \text{ МПа}$ , на изгиб  $0,7 - 1,7 \text{ МПа}$ . Излишне высокой является водопоглощение этого материала и может достигать до 60%, что вполне естественно для подобных лиофильных высокопористых систем на основе цеолитизированного трепела и высокопористого ксерогеля  $\text{SiO}_2$ . Пористость материалов в исследуемом диапазоне меняется не значительно, находится на уровне 78-88% для рж/ст= $1,30 \text{ г/см}^3$  и 69,5-81,5 для ЖС с рж/ст= $1,35 \text{ г/см}^3$  с тенденцией небольшого роста при содержании трепела более 21%. В поровой структуре материала преобладают открытые и сообщающиеся поры, что негативно скажется при эксплуатации таких материалов в силу конденсации паров воды в таких порах и, как следствие, это будет приводить к повышению коэффициента теплопроводности.

### 3.2.2 Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла и вспученного вермикулита

Использовали вермикулит фракции 1-2 мм. Пенообразователем служил ПБ-Люкс (от 2 до 8 % от массы ЖС), длительность взбивания пены составляла от 10 сек. до 2 мин., при этом  $K_v = 2 - 5$ . Для плотных жидких стекол с невысоким значением силикатного модуля (рис. 4), вспененных в 5 раз, предел прочности на сжатие оказался ниже 1 МПа. Такая композиция набирает прочность очень быстро в первые 3 дня, достигая максимума через неделю. Наилучшие результаты по прочности показали составы, содержащие 22-25 % вермикулита от суммы массы ЖС и наполнителя. При увеличении времени твердения свыше 7 суток прочность либо практически не увеличивается, либо даже существенно снижается, что особенно характерно для составов с содержанием вермикулита более 22%, что связано с усыханием геля кремневой кислоты и трещинообразованием в теле связки. Это можно объяснить тем, что при высыхании уменьшается размер частичек наполнителя, которые при затворении раствором ЖС существенно распухли. В такой ситуации в контактном слое между частицами вермикулита и гелем кремневой кислоты возникают механические напряжения растяжения, что ослабляет структуру и может привести к отрыву зерен наполнителя от матрицы.

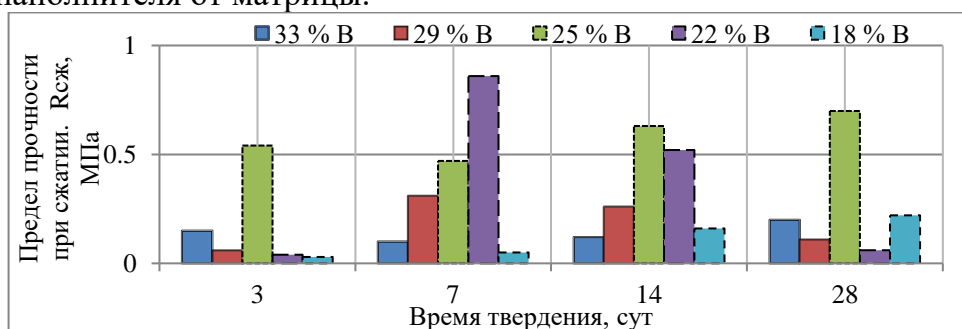


Рис. 4. Динамика предела прочности при сжатии для образцов на основе ЖС ( $M=2,29$ ,  $\rho = 1,452 \text{ г/см}^3$ ),  $K_v=5$  (ПБ-Люкс,  $C_{по}=8\%$ ) для образцов с разным содержанием вермикулита (%В)

С точки зрения теплозащитных свойств лучшими оказались составы, содержащие от 14 до 22% этого наполнителя (рис. 5). Если оптимизировать состав и по прочностным показателям, и по величине  $\lambda$ , то для ЖС этого качества содержание в массе вермикулита должно находиться в очень узком диапазоне  $20 \pm 2\%$ . Пористость образцов имеет несколько составляющих — макропоры, образованные вовлеченным воздухом при механическом вспенивании связующего, гелевые поры, возникшие при отверждении ЖС кремнефтористым натрием в результате коагуляции геля кремневой кислоты, а также поры зерен вермикулита. При данном  $K_v$  и содержании ЖС до  $\approx 76\%$  содержание вермикулита мало влияет на общую пористость, которая составляет около 80% и основной составляющей является открытая пористость. Однако при увеличении количества ЖС в составе возрастает

доля закрытой пористости и снижается доля открытых пор. Это связано с тем, что в этом случае ЖС достаточно для заполнения существенной доли пустот в зернах вермикулита.

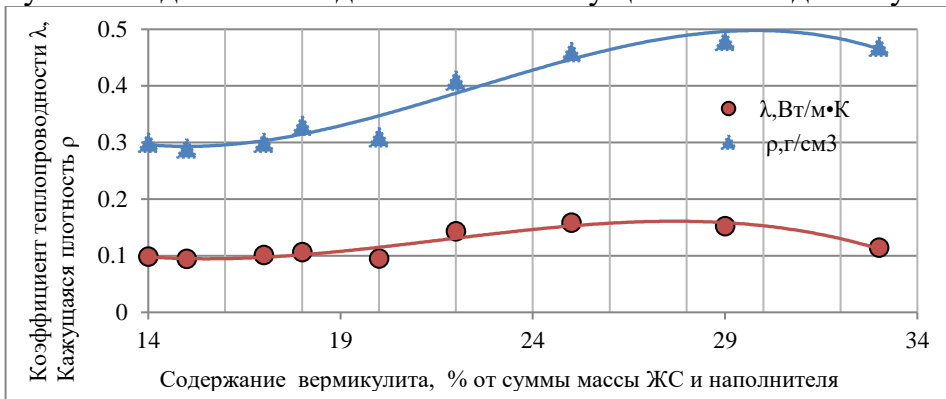


Рис. 5. Зависимости коэффициента теплопроводности и кажущейся плотности от содержания вермикулита для образцов на основе ЖС ( $M=2,29$   $\rho = 1,452$  г/см<sup>3</sup>),  $K_v=5$ , ПБ-Люкс.  $C_{по}=8\%$ .

Использование ЖС более высокомолекулярного ( $M=2,93$ ), но более разбавленного ( $\rho=1,385$  г/см<sup>3</sup>) при том же значении  $K_v=5$  не привело к упрочнению материала. Кроме того, было замечено, что такая пена была крупнопористой и неустойчивой, а также легко «оседала» при введении вермикулита. Снижение величины  $K_v$  до 3 при количестве  $35\pm 2\%$  вермикулита от массы ЖС позволило получить образцы с величиной  $\lambda$  от 0,07 до 0,09 Вт/м·К при прочности 0,6-0,9 МПа. При  $K_v=2$  и использовании плотного и высокомолекулярного ЖС ( $M=2,93$ ,  $\rho = 1,481$  г/см<sup>3</sup>) более высокую прочность показателя образцы содержащие 27% вермикулита, что примерно на треть больше, чем для низкомолекулярного с сопоставимой плотностью и более высоким  $K_v=5$ . Динамика изменения предела прочности при этом сохраняется. На основе таких составов можно получать материал со сравнительно высокой прочностью на сжатие — порядка 1,2-1,4 МПа. Однако, одновременно существенно возрастают коэффициент теплопроводности и кажущаяся плотность материала, до значений 0,11-0,15 Вт/м·К и 0,5-0,6 г/см<sup>3</sup>. В этом эксперименте полностью нивелирован прием повышения пористости за счет вспенивания, поскольку при изначальном увеличении объема в 2 раза при введении в систему достаточно крупных частиц вермикулита  $K_v$  пеномассы приближается к единице. Интересно то, что при изменении количества наполнителя в достаточно широких пределах все характеристики меняются крайне незначительно. Это может свидетельствовать о сопоставимости механических и теплофизических свойств вермикулита и силикатной матрицы.

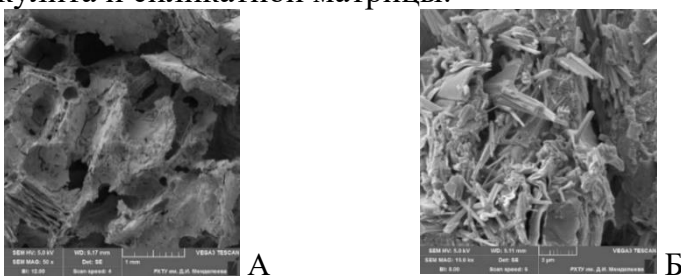


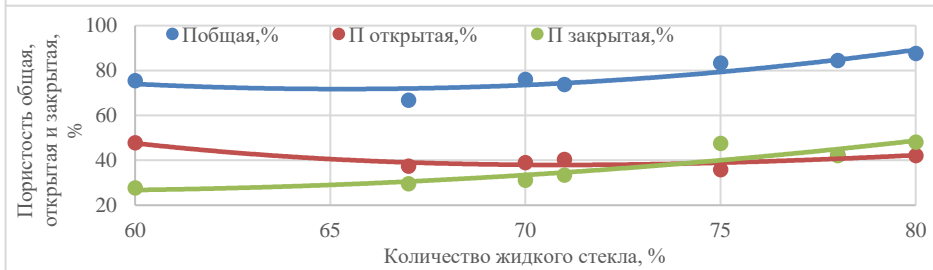
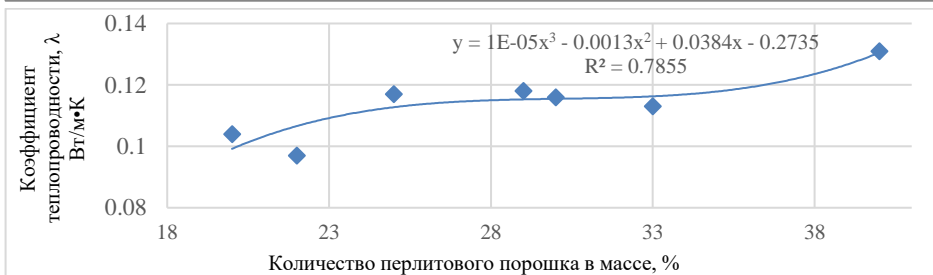
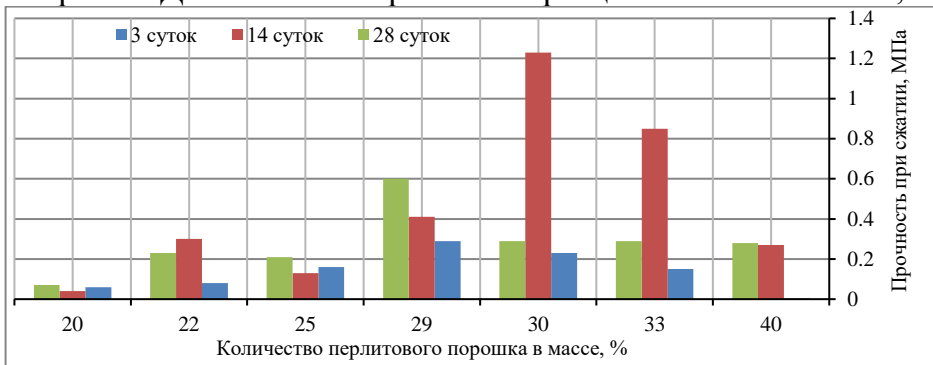
Рис.6. Микроструктура материала на основе 27% вермикулита и 73 % ЖС ( $M=2,93$   $\rho = 1,481$  г/см<sup>3</sup>), вспененного до  $K_v=2$  (ПБ-Люкс.  $C_{по}=7\%$ ).  
А) x50; Б) x1500

Поры, образованные за счет вспенивания массы, имеют преимущественно округлую форму и размер от нескольких долей до 1-2 мм при таком низком  $K_v$  (рис.6). В целом структура материала достаточно плотная, большого количества микротрещин также не наблюдается.

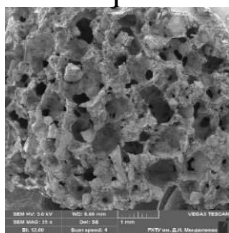
### 3.2.3 Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла и вспученного перлита

В этом эксперименте использовали ЖС с  $M=2,29$  и  $\rho=1,45$  г/см<sup>3</sup> и вспученный перлит с размером частиц 80 - 400 мкм.  $K_v=5$ , что достигалось введением ПАВ ПБ-Люкс в количестве 8% от массы ЖС и интенсивным перемешивании в течение 10 сек. Количество молотого перлита варьировалось от 17 до 40 мас.%. При содержании перлита выше 40% резко снижалась удобоукладываемость массы при литевом способе формования, а при

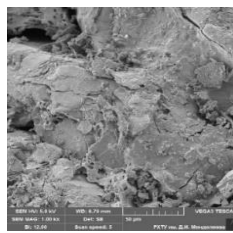
снижении количества наполнителя менее 17% образцы не имели прочности и крошились. Характеристики полученных образцов приведены на рис.7-10. Оптимальным содержанием перлита для данного вида ЖС, с точки зрения механических свойств является 30-35%. Примерно такая же закономерность наблюдается и в отношении кажущейся плотности материала. Для наиболее прочных образцов она составляет 0,40-0,45 г/см<sup>3</sup>.



Почти для всех составов, особенно с высоким содержанием перлита, наблюдаются спады прочности после 14 суток твердения. Это связано с постепенным обезвоживанием ксерогеля кремневой кислоты и образованием усадочных деформаций, вызывающих микротрещины и ослабление структуры. Перлит, по всей видимости, усугубляет этот процесс за счет всасывания внутрь его зерен воды из геля кремневой кислоты. Коэффициент теплопроводности образцов в исследованном диапазоне составов меняется не слишком существенно — от 0,10 до 0,13 Вт/м·К. Для наиболее прочных образцов она составляет 0,115-0,120 Вт/м·К. С увеличением доли в массе ЖС общая пористость системы закономерно растет, так как увеличивается доля крупных пор, образованных при вспенивании. Но свой вклад вносят и гелевые поры, возникающие при твердении жидкостекольной матрицы. Доля открытых пор изменяется не сильно, а прирост общей пористости происходит за счет роста количества закрытых пор.



А



Б

Рис. 10. Микроструктура материала на основе 23% вспученного перлитового песка и 77 % ЖС (М=2,93 и  $\rho = 1,385$  г/см<sup>3</sup>), Кв= 3. А) x50; Б) x1000

Микроструктура образцов (рис. 10) отличается достаточно высокой пористостью, а также тем, что часть ЖС оказалась не полностью нейтрализованной  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  с образованием геля кремневой кислоты, а превратилась в гидратированную стеклофазу, которая

характеризуется трещиноватостью, что отрицательно сказывается на прочности и водостойкости. Такие особенности связаны с интенсивным впитыванием воды из раствора поровой структурой самого перлита. В результате  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  не успевает полностью гидролизаться и тем самым нейтрализация протекает не полностью.

### **3.3 Теплоизоляционные материалы на основе минеральных наполнителей с игольчатой и волокнистой формой кристаллов и вспененного жидкого стекла**

Создать теплоизоляционные композиционные материалы можно также на основе более плотных наполнителей, но имеющих волокнистый или игольчатый габитус кристаллов. При достаточно малом размере частиц вспененное связующее способно удерживать их, поэтому важным фактором в этом случае является степень их измельчения. Наличие в композите более прочного игольчатого наполнителя способно увеличить прочностные свойства материала за счет эффекта армирования. Так как в соответствии с задачами работы материал должен быть абсолютно не горючим, то волокна органической природы были нами исключены. В качестве игольчатых наполнителей были выбраны природный волластонит и муллит, являющийся продуктом помола отработанных муллитовых огнеупоров стекловаренных печей.

#### **3.3.1 Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла и волластонита.**

Использовали волластонит (Вл) марки М325 (США) со средним размером частиц 12 мкм, насыпной плотностью  $0,75 \text{ г/см}^3$  и истинной плотностью  $1,3 \text{ г/см}^3$ . Установлено, что при содержании Вл в массе более 45% прочность начинает резко возрастать. Образцы, содержащие 48% такого наполнителя, имеют прочность порядка 40 МПа, но при этом плотность образцов —  $0,78 \text{ г/см}^3$ , а  $\lambda=0,16 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$ . Такой материал следует отнести к легким конструкционным материалам с повышенными теплоизолирующими свойствами. При содержании Вл менее 15-20 % прочность оказывается слишком низкой.

Наибольшее влияние на прочность оказывают доля Вл в массе (рис.11) и коэффициент вспенивания, первый фактор работает на прирост этого свойства, а второй — снижает этот показатель. Модуль и плотность ЖС в исследованном диапазоне в этой поризованной системе не являются существенными для прочности, хотя для конструкционных материалов на основе такого связующего во многом определяют механические свойства материала.

Кажущаяся плотность материала с уменьшением доли Вл и увеличением доли вспененного вяжущего во всех случаях уменьшается почти по линейному закону (рис.12). Кроме этого, на плотность сильно влияет  $K_v$  (особенно при высоких содержаниях волластонита) и технология вспенивания. В зависимости от этих условий изменяется наклон прямых. Математический анализ результатов этого эксперимента выявил тот факт, что плотность образцов зависит преимущественно от содержания Вл. Концентрация ПБ-Люкс и величины  $K_v$  оказывают незначительное воздействие, а время перемешивания не является значимым фактором.

С увеличением  $K_v$  с 4 до 5 при высоком содержании Вл в системе кажущаяся плотность материала повышается. Этот факт объясняется тем, что при этом снижается «несущая способность» пены. Для достаточно тяжелого наполнителя, коим является Вл, при его малом содержании этой способности хватает для того, чтобы масса не «села», а при его содержании выше 35% игольчатые кристаллы наполнителя разрушают пену вяжущего, что приводит к повышению кажущейся плотности материала. Для более легких наполнителей такой эффект проявляться в меньшей степени.

Кажущаяся плотность тесно связана с общей пористостью, а ее величина и характер пористости во многом определяют теплофизические свойства материала. С увеличением доли ЖС общая пористость растет за счет роста исключительно закрытой пористости, которая представлена именно во вспененном связующем. При этом открытая пористость



либо не изменяется, либо немного падает за счет уплотнения материала в результате проседания более крупнопористой массы вяжущего.

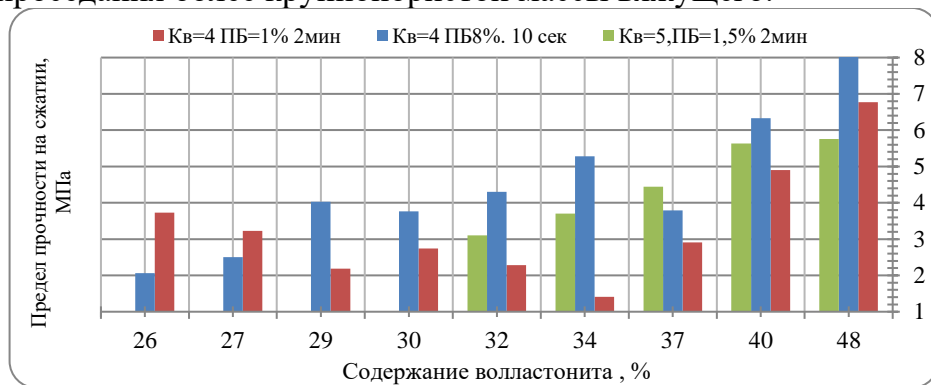


Рис.11. Зависимость предела прочности на сжатие (МПа) теплоизоляционного материала на основе ЖС ( $M=2,62$  и  $\rho=1,335$  г/см<sup>3</sup>) от содержания волластонита при разных коэффициентах вспенивания (Кв) и длительности вспенивания

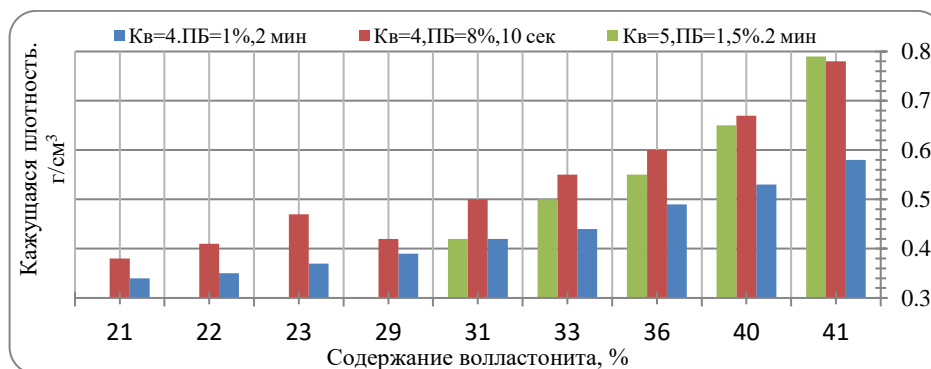


Рис.12. Зависимость кажущейся плотности материала на основе ЖС с модулем 2,62 и плотностью 1,335 г/см<sup>3</sup> от содержания волластонита (мас. %) при разных коэффициентах (Кв) и длительности вспенивания

Характер зависимости величины  $\lambda$  от содержания волластонита коррелирует с зависимостями кажущейся плотности от содержания волластонита (рис.13). Материал с более высокими теплозащитными свойствами был получен при содержании волластонита в массе 20-30 % при  $K_v=4$ , при чем лучше использовать концентрацию ПАВ на уровне 1-1,5 % от массы ЖС при более длительном времени перемешивания (2 минуты), что обеспечивает получение более мелкопористой и равномерной пены с преимущественно закрытой структурой пор, обладающей большей «несущей способностью».

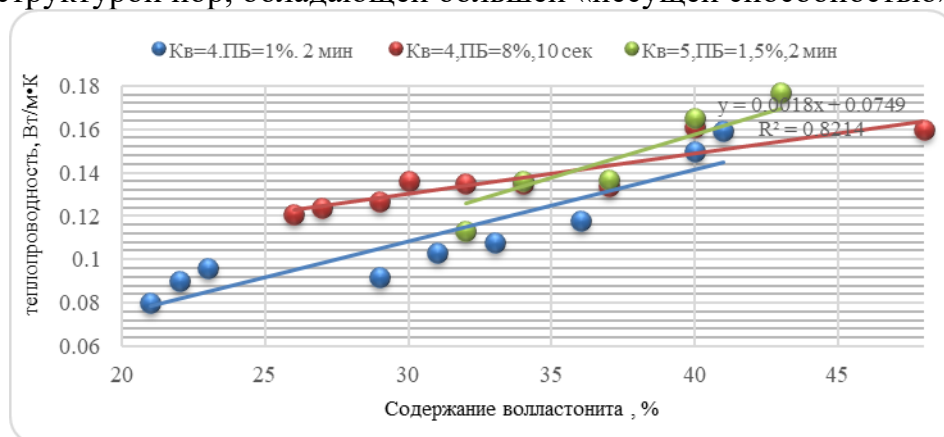


Рис. 13. Зависимость коэффициента теплопроводности материала на основе ЖС ( $M=2,62$  и  $\rho=1,335$  г/см<sup>3</sup>) от содержания волластонита (мас. %) при разных коэффициентах вспенивания (Кв) и длительности вспенивания

С целью снижения величины  $\lambda$  следующий эксперимент предусматривал снижение доли волластонита в составе формовочной массы. При этом были приготовлены формовочные массы четырех серий (табл. 4), в которых варьировалось соотношение между массовой долей ЖС ( $M=2,93$ ) и наполнителя в следующих пропорциях: «ЖС: волластонит = 83 %:17 %; 80 %:20 % и 77%:23 %». Составы отражены в табл. 4.

Таблица 4. Параметры условий вспенивания для серий 1-4

№ серии	1	2	3	4
$\rho$ , жидкого стекла, г/см <sup>3</sup>	1,385	1,385	1,385	1,485
Концентрация ПБ-Люкс, % от массы ЖС	2	4	6	8
Коэффициент вспенивания, Кв	3	4	4,5	2,3

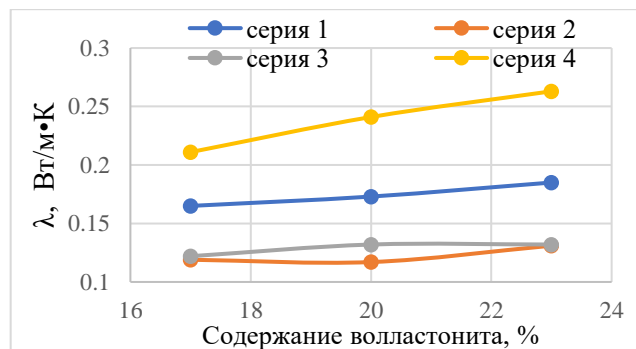
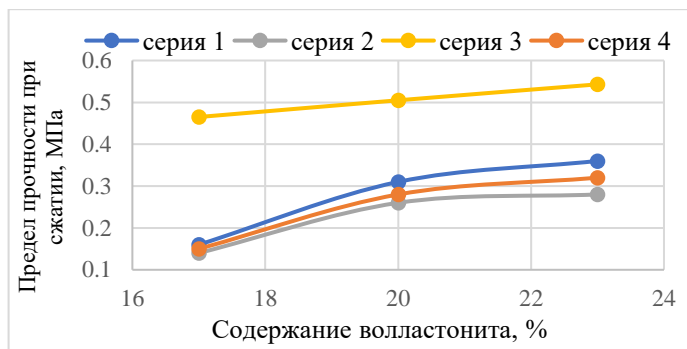
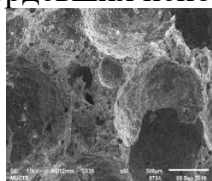
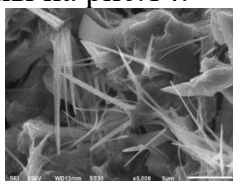


Рис. 14. Зависимость предела прочности при сжатии (а), и  $\lambda$  (б) от содержания волластонита

Необходимо отметить, что в серии 4 плотность ЖС была заметно выше, чем во всех остальных. Поскольку при  $\rho \geq 1,46$  г/см<sup>3</sup> вспенивание ЖС затруднено, поэтому свойства образцов серии 4 выбиваются из общего ряда. Результаты части исследований характеристик затвердевших пеномасс приведены на рис. 14.



X50



X5000

Рис. 15. Микроструктура образца на основе 20% Вл и вспененного (Кв=4) ЖС (М=2,93 и  $\rho$  1,385 г/см<sup>3</sup>)

Матрица не является монолитной, а носит блочный характер, который является результатом высыхания кремнегеля после его коагуляции. Их размер находится в пределах нескольких микрон. Они связаны с наличием в исходной системе свободной воды, и чем больше ее в системе, тем более рыхлой является структура. Анализ данных микроскопии (рис. 15) позволяют утверждать, что именно эти поры разрывают сплошность силикатной матрицы и носят преимущественно открытый сообщающийся характер. Игольчатые кристаллы волластонита кальматируют эти поры. Внутригелевые поры имеют размер на уровне десятых и сотых долей микрона. Индивидуальная прочность волластонита намного выше, чем у легких наполнителей, кроме того, его игольчатые кристаллы оказывают микроармирующее действие.

### 3.3.2 Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла и отходов муллитовых огнеупоров

Выбор муллита в качестве наполнителя был обусловлен также тем, что его использование может привести к повышению верхней температурной границы использования теплоизоляционного материала. В работе в качестве наполнителя были выбраны отходы муллитового огнеупора, измельченные до удельной поверхности 4650 см<sup>2</sup>/г. Содержание муллита варьировалось от 50 до 35 %, ЖС имело модуль М = 2,93 и  $\rho$  = 1,40 г/см<sup>3</sup>, Кв = 4. Данные приведены на рис. 16-17.

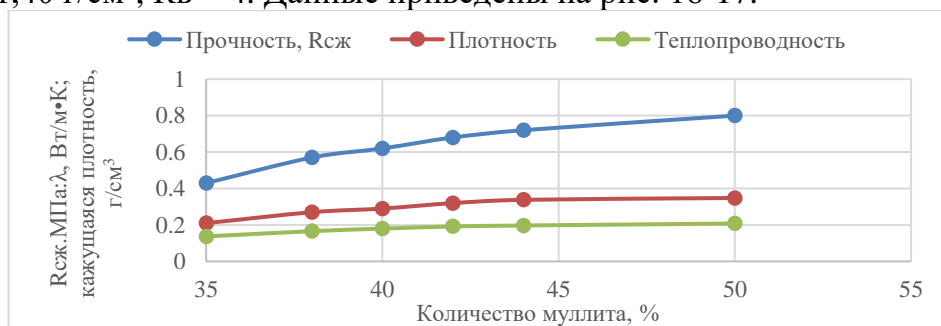
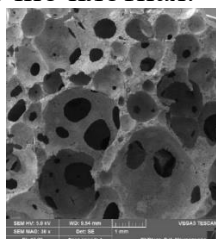


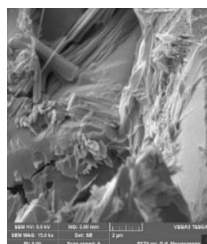
Рис. 16. Влияние количества муллита на предел прочности при сжатии (Рсж), кажущуюся плотность ( $\rho$ ) и коэффициент теплопроводности ( $\lambda$ ).

Пористость за счет вовлеченного воздуха при вспенивании массы имеет преимущественно замкнутый характер и размер пор изменяется от 0,3 до 3 мм. Стенки пор имеют толщину от нескольких десятых до 1 мм. Они сложены игольчатыми кристаллами муллита, хорошо видимыми при больших увеличениях, и силикатной связкой. Как и при

использовании волластонита в стенках пор усадочных трещин не наблюдается и структура достаточно плотная.



X30



X15000

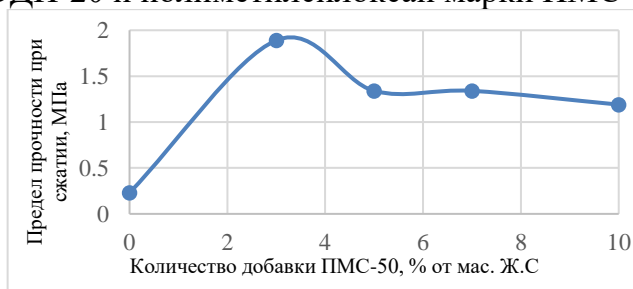
Рис.17. Микроструктура образцов на основе вспученного муллита (М) и ЖС (ЖС с  $M=2,93$  и  $\rho=1,4$  г/см<sup>3</sup>), при  $K_v=4$  и соотношении ЖС/М= 50/50

Использование волластонита и муллита в количествах от 35 до 50 % позволяет получить материал со сходными теплофизическими свойствами —  $\lambda=0,13-0,19$  Вт/м•К, что позволяет отнести их к теплоизоляционным материалам. Однако плотности и прочностные показатели сравниваемых составов существенно отличаются — использование волластонита обеспечивает получение более плотных (0,6-0,75 г/см<sup>3</sup>) и на порядок более прочных (5-7 МПа) материалов. Это объясняется тем, что эффект микроармирования в случае применения кристаллов волластонита с большим соотношением длины игл к их толщине является более выраженным для этого наполнителя по сравнению с призматическими обломочными кристаллами муллита.

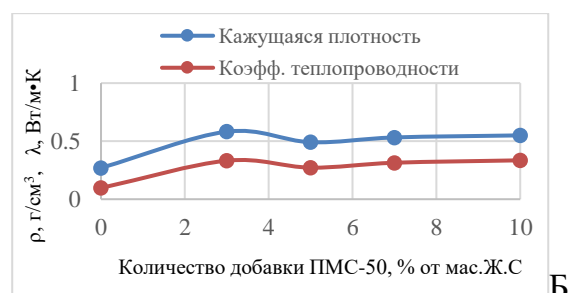
Использование отработанных муллитовых огнеупоров также вполне правомерно, однако по сочетанию свойств этот наполнитель уступает природному волластониту, но такое применение позволяет решить экологическую проблему утилизации этих отходов.

### 3.4 Теплоизоляционные материалы на основе минеральных наполнителей и модифицированного вспененного жидкого стекла

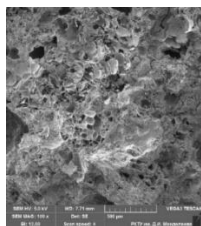
Результаты предыдущих экспериментов показали, что в первые 3-е суток прочность нарастает быстро и к 14 суткам достигает максимума, а затем показатели снижаются. Это связано с уплотнением матрицы и удалением из кремнегеля воды при высыхании, что ведет к развитию усадочных трещин и к ослаблению структуры, при этом материал приобретает повышенную хрупкость. Уменьшить эффект снижения прочности можно модифицированием ЖС такими органическими добавками, которые при полимеризации в матрице геля формируют самостоятельную сетку, препятствующую растрескиванию силикатной матрицы. В качестве таких добавок в работе использовали эпоксидную смолу ЭДП-20 и полиметилсилоксан марки ПМС-50.



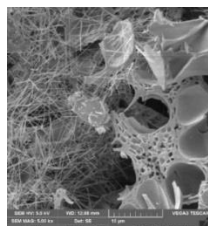
А



Б



В X1000



В X5000

Рис. 18. Влияние добавки ПМС-50 на прочность при сжатии (а), кажущуюся плотность и теплопроводность (б) и микроструктуру (в) материала на основе перлита и вспененного ЖС ( $K_v=3$ ) с  $M=2,93$  и  $\rho=1,385$  г/см<sup>3</sup> при соотношении ЖС/П= 77/23

При модифицировании ЖС ЭДП-20 (10%) удалось существенно упрочнить материалы и при этом не наблюдалось спадов прочности, однако на 15-35% повышается плотность материала и снижаются их теплозащитные свойства.



Модифицированные ПМС-50 (1,5 -10 %) ЖС на основе перлитового песка (насыпная плотность 75-100 кг/м<sup>3</sup>) позволяют получать более плотный материал без микротрещин в структуре матрицы, поскольку их появлению препятствует войлокообразная фаза полимера (рис.18). Открытая пористость не превышает 46% при общей пористости 78%.

Еще более явный эффект упрочнения при введении в ЖС добавки ПМС-50 наблюдается на составах с волластонитом. Добавка в 10% позволяет получать материал с прочностью до 18-19 МПа, но соответственно плотность повышается до 0,7 г/см<sup>3</sup> при величине  $\lambda=0,4$  Вт/м•К. Упрочнение материала связано с общим эффектом микроармирования за счет игольчатых кристаллов волластонита и спутанных новообразований органической составляющей.

### Выводы

1. Предложенная технологическая схема, включающая механическое вспенивание ЖС с применением пенообразователя, его объемное отверждение, позволяет получать на основе различных наполнителей как теплоизоляционные, так и теплоизоляционно-конструкционные материалы.
2. Установлено, что оптимальным с точки зрения сроков схватывания и твердения, литьевых свойств масс и прочности является Na<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>. Эффективность вспенивания и структура пены зависит количества пенообразователя, состава ЖС, определяющего его анионную структуру и свойства.
3. Определена зависимость величины поверхностного натяжения ( $\sigma$ ) от модуля ЖС, его плотности и средневзвешенной степени полимеризации ККА ( $N_{ср}$ ). Установлено, что  $N_{ср}$  возрастает с увеличением модуля ЖС, но в большей степени с ростом его плотности. Влияние  $N_{ср}$  на  $\sigma$  становится значимым лишь при увеличении доли полимерной фракции до 70% и выше.
4. Установлены зависимости величин  $\sigma$  и  $K_v$  от состава ЖС и концентрации пенообразователя ( $C_{по}$ ). На основе метода математического анализа определено, что вспенивание в основном определяется  $C_{по}$  и плотностью жидкого стекла, при этом модуль в диапазоне его значений от 2,3-3,0 существенного влияния на вспенивание не оказывает.
5. Установлено, что величины плотности должны быть оптимальными в пределах 1,35-1,40 г/см<sup>3</sup>. При более низких значениях этой характеристики при взбивании пена получается крупнопористой, неустойчивой и обладает невысокой несущей способностью, при более высоких значениях пенообразование затруднено. Оптимальной концентрацией пенообразователя ПБ-Люкс является 4-6% от массы ЖС, оптимальный коэффициент вспенивания — 4-5.
6. Использование в качестве наполнителя трепела позволяет получать широкий спектр материалов с плотностью 0,31 – 1,3 г/см<sup>3</sup> и прочностью на сжатие 0,2 – 3,7 МПа, на изгиб 0,33 – 2,7 МПа при коэффициенте теплопроводности 0,27 - 0,085 Вт/м•К. Свойства материала существенно зависят от плотности ЖС.
7. Использование в качестве легкого наполнителя вермикулита в сочетании со вспененным ЖС позволяет получать материалы, свойства которых для разных значений  $K_v$  зависят в основном от плотности ЖС и его модуля. Материал с одинаковым значением  $\lambda=0,11-0,15$  Вт/м•К может быть получен на основе ЖС с  $M= 2,3$  и  $2,9$  при сопоставимой плотности. Оптимальным в первом случае является состав, содержащий 20±2% вермикулита, который при  $K_v=5$  обеспечивает прочность 0,85МПа, а во втором — при  $K_v=2$  и содержании вермикулита 27±2% достигается прочность 1,2-1,4 МПа.
8. Использование порошкообразного перлита в качестве легкого наполнителя, позволяет получать материал  $\lambda=0,10 - 0,13$  Вт/м•К. Влияние модуля, плотности ЖС и  $K_v$ , полученные на образцах с вермикулитом, можно распространить и на композиции с перлитом. Оптимальный состав на основе перлита содержит 30±3% этого наполнителя, который

обеспечивает прочность к 14 суткам твердения 0,8-1,2 МПа. Однако к 28 суткам прочность снижается до 0.3 МПа, что связано с образованием микротрещин матрицы кремнегеля. Это явление наблюдается и для составов на других легких пористых наполнителях.

9. Использование в качестве наполнителя волластонита в количестве от 15 до 40 % позволяет получать теплоизоляционные материалы с широким спектром свойств, простирающихся от класса Б средней теплопроводности (0,06 до 0,115 Вт/м•К) до класса В повышенной теплопроводности (от 0,115 до 0,175 Вт/м•К) и по прочности в пределах от 0,1 до 6-8 МПа. Оптимальные значения  $K_v=3-4$  и плотности ЖС 1,35-1,45 г/см<sup>3</sup>. Использование волластонита обеспечивает получение более плотных (0,6-0,75 г/см<sup>3</sup>) и на порядок более прочных (5-7МПа) материалов, что объясняется эффектом микроармирования.

10. Использование отходов муллитовых огнеупоров также позволяет получать более прочный материал, однако по сочетанию свойств этот наполнитель уступает природному волластониту, но такое применение позволяет решить экологическую проблему утилизации этих отходов, однако необходимо учесть, что такой материал очень трудно измельчается.

11. Модифицирование жидких стекол органическими полимерными добавками является эффективным способом упрочнения теплоизоляционных материалов на основе вспененного ЖС и препятствует спадам прочности за счет образования в составе силикатной матрицы полимеров в виде спутанных волокон, которые препятствуют образованию микротрещин при высыхании геля кремневой кислоты. Наиболее эффективной добавкой является полиметилсилоксан марки ПМС-50 в количестве 1-1.5%.

#### **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ ИЗЛОЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ ПУБЛИКАЦИЯХ:**

1. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла [Текст]. Успехи в химии и хим. технологии: Сб. науч. тр. /РХТУ им. Д.И. Менделеева. – 2017. – Т. 31, № 3. – С. 34–36.
2. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Новые теплоизоляционные материалы на основе вспененного отвержденного натриевого жидкого стекла. в сборнике Современные технологии композиционных материалов. Материалы III Всероссийской научно-практической молодежной конференции с международным участием, место издания РИЦ БашГУ Уфа, тезисы, – 2018. – С. 165–169.
3. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Теплоизоляция на основе волластонита и жидкого стекла [Текст]. Успехи в химии и хим. технологии: Сб. науч. тр. /РХТУ им. Д.И. Менделеева. – 2018. – Т. 32, № 2. – С. 68–70.
4. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Теплоизоляционные материалы на основе вспененного жидкого стекла и волластонита // XXII международный научный симпозиум имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых «проблемы геологии и освоения недр». – 2018. – Т. 2. – С. 449–450.
5. Zin Min Htet, Tikhomirova Irina Nikolaevna, Karpenko Marina A. Mineral Thermal Insulation Materials Based on Sodium Liquid Glass. World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering, International Science Index. – 2018. – Т. 12, № 7. – С. 1912–1915.
6. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Теплоизоляционный материал на основе вспученного перлита и вспененного минерального связующего // Строительные материалы. – 2019. – № 1–2. – С. 107–112.
7. Зин Мин Хтет, Тихомирова И.Н. Технология получения композиционного теплоизоляционного материала с использованием натриевого жидкого стекла и минеральных наполнителей //Техника и технология силикатов. – 2019. – Т. 26, № 1. С. 14–19.
8. Тихомирова И.Н., Макаров А.В., Зин Мин Хтет. Теплоизоляционные материалы на основе вспученного вермикулита и вспененного жидкого стекла//Новые огнеупоры. – 2020. – № 8. – С 41–45(Scopus).