



**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ**

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования

**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ИШНПТ**

**К.К. Манабаев**

\_\_\_\_\_ « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2021 г.

**МИНЕРАЛЬНЫЕ ВОЛОКНА И СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ С ИХ  
ПРИМЕНЕНИЕМ**

Методические указания к выполнению лабораторных работ  
по курсу **«Технологии силикатных композиционных материалов»**  
для студентов **1 курса магистратуры**, обучающихся по направлению  
**18.04.01 «Химическая технология»**

**Томск 2021**

УДК 666.11+666.117.9.038.8  
ББК 00000  
М00

**Минеральные волокна и свойства композитов с их применением:** методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Технологии силикатных композиционных материалов» для студентов **1 курса** магистратуры, обучающихся по направлению **18.04.01 «Химическая технология»** / сост. **О.В. Казьмина**; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2021. – 26 с.

**УДК 000000**  
**ББК 00000**

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром НОЦ Н.М Кижнера ИШНПТ  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2021 г.

Руководитель НОЦ Н.М Кижнера  
доктор хим. наук,  
профессор

\_\_\_\_\_ Е.А. Краснокутская

*Рецензент*

Доктор технических наук, профессор ТГАСУ  
*Ю.С. Саркисов*

© Составление ФГБОУ ВПО НИ ТПУ, 2021  
© Казьмина О.В, составление 2021

## Термины и определения

**Базальт** - магматическая вулканическая горная порода основного состава нормального ряда щёлочности из семейства базальтов. Название, возможно, происходит от греч. βασικός — «основной», или, по другой версии, от эфиопского basal (bselt, bsalt) — «кипящий», «железосодержащий камень», так как в рукописях Плиния Старшего упоминается, что первые базальты появились из Эфиопии.

**Вязкость стекла** - свойство стекломассы оказывать сопротивление перемещению одной части относительно другой в результате возникновения между ними сил внутреннего трения, характеризуется коэффициентом внутреннего трения и измеряется в пуазах Па·с.

**Мат** - гибкое волокнистое теплоизоляционное изделие, поставляемое свернутым в виде рулона или в развернутом виде, которое может быть облицовано.

**Минеральное искусственное волокно** – неорганическое волокно, полученное из расплава горной породы, шлака, стекла, оксидов металлов или глины. [ГОСТ Р 52953 2008 Материалы и изделия теплоизоляционные. Термины и определения]

**Непрерывное стекловолокно** – стеклянное волокно толщиной 6 – 100 мкм (для текстильной обработки 3 – 14 мкм) и длиной 20 км и более и комплексные нити, сформированные из волокон.

**Сланцы** – разнообразные горные породы с параллельным (слоистым) расположением сростаний низко- или среднетемпературных минералов (хлорит, актинолит, серицит, серпентин, эпидот, мусковит, альбит, кварц), входящих в их состав; в них часто сохраняются реликтовые структуры.

**Стекловата** – волокнистый теплоизоляционный материал на основе штапельного стекловолокна и связующего, тепло- звукоизоляционный материал, негорючий, вбиростойкий, устойчив к воде и атмосферным воздействиям.

**Стекловолокно оптическое (световод)** – непрерывное стеклянное волокно, предназначенное для передачи сигналов и изображений (главным образом в ближнем ИК-диапазоне электромагнитных волн). Состоит из световедущей сердцевины – «жилы» (стекло с высоким показателем преломления) и светоизолирующей оболочки (стекло с низким показателем преломления).

**Штапельное стекловолокно** - стеклянное волокно толщиной 0,5 – 30 мкм и длиной 1-50 см. Формуют раздувом или центробежным диспергированием струи расплавленной стекломассы. Используют как высокоэффективные тепло- и звукоизоляционный материал в виде стекловаты, матов, холстов, плит.

## 1. ОБЩИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

### 1.1 Сланцевые и базальтовые породы – сырье для производства непрерывного волокна

Различают два основных вида минеральных волокон: непрерывное и штапельное. Основным отличительным признаком, положенным в основу этого деления является длина волокна. Для непрерывного волокна, получаемого вытягиванием из расплава стекла, характерны неограниченно большая длина (20 и более километров), прямолинейность и параллельное расположение волокон в нити. Для штапельного, получаемого путем разделения струи расплавленного стекла воздухом, паром или газовым потоком, – небольшая длина (до нескольких сантиметров), извитость и хаотическое расположение волокон в пространстве.

В производстве волокон используют широкий спектр сырьевых материалов – это типичное для стекольной промышленности сырье, а так же металлургические шлаки (доменные, ваграночные, мартеновские), зола ТЭЦ, отходы керамического и силикатного производств, горные породы.

Многие горные породы пригодны для получения минеральных волокон, как в качестве компонента шихты, так и основного сырья. При этом они должны соответствовать определенным требованиям по химическому и минералогическому составам.

Известно, что горные породы по происхождению делятся на изверженные (магматические), осадочные и метаморфические. Среди данных групп особое внимание заслуживают магматические основные горные породы, которые применяют в качестве однокомпонентного сырья в производстве широкого ассортимента штапельных и непрерывных волокон с повышенными физико-химическими свойствами. В отличие от шихт, используемых для производства стеклянных волокон, основные горные породы не требуют дефицитных добавок бора, соды, сульфата, глинозема и др. и исключают процесс приготовления шихты.

К изверженным породам, которые используют как однокомпонентное сырье в производстве базальтовых волокон, относятся такие как: габбро, амфиболиты, андезиты, диабазы, базальты и др. Это породы базальтоидного типа, они имеют сходный химический состав, но отличаются друг от друга минералогическим составом. В таблице 1 приведен химический состав некоторых разведанных месторождений и действующие карьеры базальтоидных пород России и ближнего зарубежья.

**Таблица 1** – Усредненный химический состав базальтовых пород различных месторождений

Месторождение	Содержание оксидов, в масс. %									
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Малетинское (Алтайский край) габбро-диорит	45,21	18,98	1,61	6,98	5,57	11,08	3,91	1,09	2,09	0,28
Караканское (Кемеровская обл.) базальт	51,98	14,89	1,69	5,84	6,11	7,67	4,12	2,45	1,98	0,55
Васильевское (Кемеровская обл.) базальт	48,88	16,48	1,97	4,56	6,12	9,88	3,50	1,88	2,77	0,60
Тогучинское (Новосибирская обл.) диабаз	48,65	14,29	1,39	11,9 7	6,77	6,40	2,97	1,30	3,80	-
Буготакское (Новосибирская обл.) диабаз	46,32	15,08	0,62	4,97	8,14	8,61	9,80	1,46	1,02	0,84
Забайкальское (Читинская обл.) базальт	49,65	14,50	1,87	5,96	7,72	9,60	4,68	0,97	2,13	-
Хаджинское (Хабаровский край) андезитобазальт	55,08	16,56	1,11	11,2	-	7,05	4,71	1,07	1,70	-
Узбекистан базальт	48,20	11,80	0,60	4,12	6,20	13,3	9,15	2,25	1,45	-
Украина, андезитобазальт	52,8	18,14	1,17	5,28	5,1	8,44	3,72	1,37	2,24	-
Таджикистан, андезитовый порфирит	49,05	12,49	2,83	3,98	10,25	8,54	5,37	0,65	3,34	-
Грузия, базальт	49,8	15,1	2,75	8,48	6,38	7,34	5,13	0,75	1,4	-

Следует отметить, что если для получения штапельных волокон пригодна большинство магматических пород, то для формования непрерывных волокон, обладающих уникальными свойствами – высокой прочностью, устойчивостью к огню, кислотам и щелочам, влагостойкостью и долговечностью, используется их ограниченный перечень.

Статистическое изучение химического состава базальтов разных типов показало, что они содержат в среднем от 3 до 5 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 6 – 9 % FeO. Свежие, не измененные вторичными процессами базальты обычно содержат гораздо больше FeO, чем Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, что объясняется образованием пород на таких глубинах Земли, где господствует восстановительная среда при низком парциальном давлении кислорода. Изверженный расплавленный базальт на воздухе, где парциальное давление кислорода (0,2 атм.) значительно выше, чем в глубине Земли, быстро окисляется, в результате чего увеличивается содержание Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и уменьшается FeO. При этом суммарное их содержание практически не изменяется. Процесс окисления базальтового расплава изменяет его физико-химические свойства. Поскольку в силикатных расплавах Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> может выступать в качестве стеклообразователя, а FeO – является модификатором

ром, повышение содержания оксида железа (II) при снижении оксида железа (III) увеличивает вязкость расплава, являющегося основным критерием его выработочных свойств.

В результате окисления, в зависимости от времени выдержки на воздухе, вязкость базальта в расплавленном состоянии возрастает сильнее, чем даже при снижении температуры. Из этого следует, что для вытяжки тонкого непрерывного волокна предпочтительны породы с низким содержанием оксидов железа. К тому же базальтовые расплавы с высоким содержанием  $Fe^{2+}$ , взаимодействуют с платинородиевыми сплавами, из которых изготавливают оснастку для получения непрерывных волокон. Это приводит к «затеканию» фильерного поля, ограничивает температурный интервал выработки волокон и ускоряет износ дорогостоящего оборудования. Однако базальтовое сырье с низким содержанием железа есть не во всех регионах России. В настоящее время основные производители непрерывного базальтового волокна используют сырье месторождений западной Украины либо Грузии.

В тоже время основные горные породы с содержанием  $SiO_2$  от 45 до 50 % распространены довольно широко. Залежи базальтовых пород имеются во многих регионах мира, и на местах их залегания существует широкая сеть карьеров по добыче таких пород, которые используются в строительстве, а их пригодность для получения непрерывных волокон практически не изучена.

Пригодность горной породы для получения базальтовых волокон устанавливается в результате комплекса исследований, включающего анализ химического состава и определение основных физико-химических свойств расплавов, к которым относится плавкость, газонасыщенность, химическая однородность, поверхностное натяжение, вязкость, ее температурная зависимость, склонность к кристаллизации и смачивание материала, из которого изготовлены промышленные сосуды и питатели.

Предварительная оценка сырья на пригодность для выработки волокон в производственной практике обычно включает значение модуля кислотности  $M_k$ , который характеризуется соотношением кислых ( $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ) и основных ( $CaO$ ,  $MgO$ ) оксидов в материале (формула 1).

$$M_k = \frac{(SiO_2 + Al_2O_3)}{(CaO + MgO)}, \quad (1)$$

Согласно литературным данным, повышенный модуль кислотности увеличивает вязкость расплава и скорость его твердения. Высокая вязкость, в свою очередь, отрицательно влияет на процесс волокнообразования и качество продукции: снижает производительность, увеличивает затраты энергии и содержание неволокнистых включений (корольков) в минераловатном ковре. Относительно высокое количество соединений железа повышает смачи-

вающую способность расплава, что приводит к затеканию фильерных отверстий и обрывности нити при увеличении температуры переработки, сокращая температурный интервал выработки волокна. Поэтому в зависимости от типа плавильного агрегата для выработки штапельных волокон применяется сырье, химический состав которого обеспечивает модуль кислотности в диапазоне от 1,5 до 5,0. Непрерывные волокна формируются из расплавов с модулем  $M_k$  от 3,5 до 6.

Формула расчета модуля кислотности (1) применяется в основном для определения кислотности шлакового сырья, в состав которого входят указанные оксиды. В то время как базальтовое сырье содержит значительные количества оксидов железа (до 19 %), титана (1-3 %), а также оксидов натрия и калия (в сумме до 8 %), которые кардинально влияют на свойства базальтовых расплавов. Содержание оксида железа (II) и (III), а также их соотношение, являются одной из важнейших характеристик сырья для производства волокон. Оксиды натрия и калия также активно снижают вязкость и расширяют литейный интервал расплава. Диоксид титана повышает вязкость расплава.

В формировании расплава участвуют все минеральные составляющие породы. Мерой их комплексного влияния являются кислотно-основные свойства, характеризующиеся коэффициентом кислотности (формула 2):

$$K = \frac{[SiO_2] + [Al_2O_3] + [TiO_2]}{[Fe_2O_3] + [FeO] + [MgO] + [CaO] + [Na_2O] + [K_2O]} \quad (2)$$

Таким образом, первоначальную оценку свойств базальтовых пород для производства минеральных волокон, а также расчет состава шихты целесообразно проводить на основе коэффициента кислотности  $K$ , значения которого лежат в интервале  $2,00 \div 2,35$ .

Важными технологическими параметрами производства базальтовых волокон являются начальная и конечная температуры плавления сырья. Эти величины косвенно характеризуют энергозатраты на получение расплава. Начальная температура плавления  $T_{н.пл.}$  – это температура первичного расплава породы и ее прилипания к металлической поверхности пластины, а конечная температура плавления  $T_{к.пл.}$  – это температура полного растекания расплавившейся породы, при этом поверхность растекшегося расплава должна быть блестящей, гладкой, без видимых кристаллических и газовых включений.

Важным свойством при получении расплавов горных пород является скорость плавления, зависящая от совокупности процессов, приводящих к образованию гомогенной стекломассы, лишенной пузырьков. Скорость плавления оценивается по температурному интервалу и продолжительности плавления, ее можно выразить как функцию отношения тугоплавких оксидов

к более легкоплавким. Применительно к горным породам постоянная плавкости  $P_{пл}$  имеет следующий вид:

$$P_{пл} = \frac{SiO_2 + Al_2O_3 + TiO_2 + FeO + Fe_2O_3}{MgO + CaO + Na_2O + K_2O}, \quad (3)$$

где  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $MgO$  и др. – массовое содержание оксидов, %.

Чем меньше значение данной постоянной, тем легче горная порода поддается плавлению. Горные породы, из которых возможно получение волокон по плавкости условно делят на две группы. К первой относятся андезиты, андезито-базальты, андезитовые порфириды и некоторые диабазы, конечная температура плавления которых равна  $1450\text{ }^{\circ}C$  и выше, а  $P_{пл} \geq 4,5$ . Вторую группу составляют горные породы, конечная температура плавления которых ниже  $1450\text{ }^{\circ}C$ . Это большая часть диабазов, амфиболиты, габбро-диабазы, амфиболизированный пироксенит, базальты, базаниты, пироксеновый порфирит и др. с  $P_{пл} < 4,5$ .

Для производства волокон предпочтительнее использовать горные породы второй группы, так как благодаря высокой скорости плавления требуется меньше энергозатрат для получения расплава и возможно использование малогабаритных печей.

Еще одним важным показателем характеризующим пригодность пород для получения непрерывных волокон, является вязкость расплава. Этот показатель оказывает влияние на весь технологический процесс, начиная от гомогенизации расплава и заканчивая формированием волокна. Вязкость расплава в значительной мере зависит от температуры и определяет возможность получения волокна. Измерения вязкости расплавов горных пород различных месторождений показали, что она является функцией химического состава, главным образом, содержания кремнезема. Характеристики вязкости расплавов горных пород с указанием направления их использования приведены в табл. 2.

**Таблица 2** – Классификация горных пород по группам вязкости

Группа	Горные породы	Вязкость $\eta$ , Па·с при T, $^{\circ}C$		Массовая доля $SiO_2$ , %	Направление использования сырья
		1450 $^{\circ}C$	1300 $^{\circ}C$		
Высоковязкая	Андезиты	15	>100	Более 55	применения не нашли
Вязкая	Андезито-базальты, Диабазы, базальты, амфиболиты	5-15	20-100	51-55	получение непрерывных волокон
Средневязкая	Диабазы, базальты, амфиболиты	3-5	10-20	47-51	получение непрерывного и супертонкого штапельного волокна
Низковязкая	Базальты, амфиболиты	<3	<10	43-47	получение тонких штапельных волокон



Непрерывные волокна формируются из расплавов, вязкость которых при температуре выработки находится в интервале 10 – 30 Па·с, поэтому низковязкие расплавы практически не пригодны для производства данного вида волокна из-за узкого температурного интервала выработки. Из основной массы пород этой группы возможно получение супертонкого штапельного волокна. При использовании низковязких расплавов волокно получается с наименьшими энергозатратами и количеством корольков.

Группа пород дающие средне вязкие расплавы является наиболее универсальным сырьём для производства всех видов волокон. При этом процесс производства непрерывного и супертонкого волокна проходит с наименьшими энергозатратами.

При применении вязких расплавов процесс производства непрерывного волокна стабилен. Производства супертонкого волокна идет при повышенных температурах фильерного питателя (выше 1360°C), который в свою очередь имеет повышенный износ. Получаемое волокно имеет удовлетворительное качество. Высокая вязкость отрицательно влияет на процесс волокнообразования и качество продукции. Однако установлено, что из высоковязких расплавов получение непрерывного волокна возможно, но процесс будет сопровождаться большими энергозатратами и максимальным износом узла волокнообразования за счет его работы при повышенных температурах. Согласно многочисленным экспериментальным данным высоковязкие расплавы обладают меньшей склонностью к кристаллизации.

Важнейшим критерием оценки пригодности горных пород для получения волокон является температурный интервал выработки. Способность расплава к волокнообразованию ограничивается его склонностью к кристаллизации и сродством к материалу фильеры, через которую вытягивается волокно. Нарботка непрерывного волокна считается стабильной, если в процессе его получения отсутствуют обрывность, пульсирование струи расплава на выходе из фильерного отверстия, неравномерность нити по диаметру.

Нижняя граница температурного интервала выработки волокон  $t_{ив}$  определяется кристаллизационной способностью расплава и зависит от числа центров кристаллизации, образующихся в единице объема в единицу времени. Для промышленных стекол, применяемых в производстве волокон, температура верхнего предела кристаллизации  $t_{внк}$  не превышает 1150 °С, в то время как для базальтовых расплавов различного химического состава она, как правило, выше на 100-170 °С. Это объясняется наличием в базальтах в качестве одного из основных породообразующих минералов пироксена, способствующего активному метаморфизму стекла и повышению кристаллизационной способности.

Фактором определяющим верхнюю границу  $t_{иг}$ , является растекание стекломассы по фильерной пластине, то есть смачивание. Скорость процесса растекания стекла обусловлена кинетикой вязкого течения и характером изменения вязкости с температурой. Железосодержащие базальтовые расплавы имеют достаточно высокую смачиваемость платины, из которой изготавливают фильерные питатели. Смачиваемость увеличивается с повышением температуры за счет уменьшения сцепления между частицами расплава и материалом питателя. Это обуславливает затекание фильерного поля при выработке волокон. Степень смачиваемости зависит от содержания оксидов железа в расплаве и его степени окисляемости. Поэтому получение непрерывных волокон из горных пород с высоким содержанием железа встречает значительные трудности.

В таблице 3 приведены температурные интервалы выработки волокон из горных пород различных месторождений, в том числе амфиболита месторождения Турочак. Амфиболит представляет собой метаморфическую горную породу, которая образуется из базальтов, габбро, мергелистых глин с малым количеством извести, перидотитов. В работах показана принципиальная возможность применения данной породы в производстве минеральных волокон. Однако, из-за высокой смачиваемости платинородиевого сплава и повышенной кристаллизруемости из расплава амфиболита вытянуть тонкие непрерывные волокна не представляется возможным (при температуре 1350 °С стекломасса растекается по дну тигля, а при снижении температуры расплав кристаллизуется и самостоятельно не прокапывает через фильеру). Грубые непрерывные волокна с диаметром от 90 до 280 мкм формируются в достаточно широком температурном интервале.

**Таблица 3** – Температурный интервал выработки и диаметр волокон

Порода, месторождение	Непрерывные волокна			
	$t_{ив}, ^\circ\text{C}$		d, мкм	
Андезито-базальт (Украина)	1370-1450		8-13	
Базальт (Узбекистан)	1310-1390		10-14	
Андезитовый порфирит (Таджикистан)	1320-1420		9-12	
Базальт (Грузия)	1360-1450		9-14	
	тонкие волокна		грубые волокна	
	$t_{ив}, ^\circ\text{C}$	d, мкм	$t_{ив}, ^\circ\text{C}$	d, мкм
Базальт (Васильевское, Кемеровская обл.)	1420-1450	5-12	1370-1450	130-230
Габбро-диорит (Алтайский край)	1450-1450	7-12	1305-1450	20-230
Диабаз (Новосибирская обл.)	1370-1395	5-12	1290-1390	30-500
Базальт (Кемеровская обл.)	1390-1440	6-11	1320-1450	85-400
Амфиболит (Турочак)	отсутствует	-	1340-1400	90-280

Таким образом, использование различных горных пород в производстве минерального волокна, в том числе непрерывного, имеет ряд особенностей по сравнению с расплавами специально сваренных стекол:

- получение расплава при более высокой температуре, исключая шихтование, без стадии силикатообразования;
- более высокая смачиваемость и кристаллизационная способность;
- повышенная скорость твердения и охлаждения, сужающая температурный интервал выработки волокон.

Причинами несоответствия горных пород для волокнообразования могут быть следующие факторы:

- недостаточное содержание кислотных оксидов ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и др.), вследствие чего волокнообразования не происходит («короткие» расплавы);
- тугоплавкость породы, температура расплавления которой выше предельно-максимальной температуры в вагранке ( $\sim 1700^\circ\text{C}$ );
- высокая вязкость и значительное поверхностное натяжение расплава, затрудняющие или прекращающие волокнообразование.

Пригодность горных пород для производства минерального волокна оценивается по множеству факторов. Выбор сырья для получения волокон должен осуществляться с учетом влияния его минерального и химического составов на физико-химические свойства расплава, а также условий протекания процессов плавления и волокнообразования. Особенности физико-химических свойств базальтовых расплавов, оказывающих влияние на процессы стекловарения и волокнообразования, являются высокий уровень поверхностного натяжения, резкая зависимость вязкости от температуры, повышенные кристаллизуемость и смачивание материала, из которого изготавливают промышленные сосуды и питатели для выработки волокон.

С учетом этих особенностей, а также связи свойств расплавов с минеральным и химическим составом пород, основными критериями их пригодности следует считать температуру верхнего предела кристаллизации, краевой угол смачивания и вязкость расплава. При этом температура верхнего предела кристаллизации определяет нижнюю границу интервала выработки волокон, а смачивание - нижнюю. Для производства непрерывных волокон наиболее оптимальной является вязкость расплава в диапазоне 10-30 Па·с.

Большинство месторождений габбро-базальтового сырья России представлены породами  $45 \leq \text{SiO}_2 \leq 52$  и  $05 \leq (\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}) \leq 5$ . В России имеется более 50 месторождений габбро-базальтового сырья. Целесообразность их разработки для производства волокон оценивают на основе результатов исследований свойств сырья конкретного месторождения.

## 2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Лабораторная работа состоит из расчетной и экспериментальной частей.

**Цель** расчетной части работы – оценить расчетным путем возможность получения минерального волокна из расплава сланцевой породы.

**Цель** экспериментальной части работы – исследование свойств волокна и минераловатной плиты для установления соответствия требованиям ГОСТа 4640-2011 «Вата минеральная».

### 2.1 Расчетная часть

#### **2.1.1 Анализ стеклообразующей способности расплава сланцевой породы и оценка его способности к волокнообразованию**

Минеральное волокно изготавливают путем расплавления сырья силикатного состава и формованием из расплава готового изделия. Пригодность расплава для получения волокна определяется показателями его взаимосвязанных свойств: устойчивостью к стеклообразованию, модулями кислотности и вязкости, а также изменением вязкостных характеристик расплава в зависимости от температуры, и поверхностным натяжением.

Для проведения лабораторной работы предложено четыре технологических пробы сланцевой породы месторождения «Каменная горка», химический состав приведён в таблице 4. Значительное отличие состава по основным оксидам, в частности  $\text{SiO}_2$  указывает на неоднородность породы рассматриваемого месторождения. Поэтому оценка возможности получения волокна проводится отдельно для каждой технологической пробы. Для всех последующих расчетов необходимо составы привести к 100 %.

**Таблица 4** – Оксидный состав сланцевой породы месторождения «Каменная горка»

№	Содержание оксидов, мас. %										
	$\text{SiO}_2$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{MgO}$	$\text{TiO}_2$	S	$\Sigma$
1	57	26	6,8	5,7	1,2	1,1	0,56	0,16	0,13	0,24	99
2	49	30	9,7	6,6	0,98	1,3	0,78	0,13	0,11	0,25	99
3	47	32	10	6,3	0,81	1,3	1,3	0,10	0,15	0,25	99
4	47	31	12	4,9	0,98	1,2	1,9	0,10	0,17	0,23	99

Известно, что для получения стекла из смеси исходных материалов необходимо, чтобы количество стеклообразователей и оксидов щелочных металлов в шихте было достаточным для устойчивого стеклообразования, т.е. находилось в пределах 60–75 и 13–22 мас. % соответственно. В состав рассматриваемой породы входит два стеклообразователя – оксиды кремния и

фосфора. Их суммарное содержание изменяется в следующих пределах: 57,45 (состав 3); 59,27 (состав 2); 59,31 (состав 4); 63,8 (состав 1). Это указывает на ограниченную способность к стеклообразованию, за исключением состава 4, но недостаточное содержание стеклообразователей несколько компенсируется присутствием  $Al_2O_3$  в количестве от 4,9 до 6,6 %. Количество щелочных оксидов ( $\Sigma R_2O$ ) выходит за пределы рекомендуемых и имеет повышенные значения: 26,86 (состав 1); 31,14 (состав 2); 33,56 (состав 3); 33,07 (состав 4). Такое содержание щелочных оксидов отразится на вязкости расплава, что требует отдельной экспериментальной оценки.

Способность расплава к стеклообразованию можно оценить по значению фактора связности структуры, который определяется как среднее число мостиковых кислородов структурных полиэдров по формуле (4).

$$Y = (\Sigma m_i \times x_i \times z - \Sigma m_k \times x_k) / \Sigma m_i \times x_i, \quad (4)$$

где  $x$  – молярное содержание оксида, %;

$m$  – число катионов в оксиде;

$i$  и  $k$  – оксиды, содержащие катионы с количеством связей больше единицы и равным единицы соответственно;

$z$  – валентность (координационное число).

Данный фактор позволяет прогнозировать размерность сетки и возможность стеклообразования: при  $Y = 4$  сетка трехмерная, при  $Y = 3$  – двухмерная слоистая, при  $Y = 2$  – одномерная цепочечная, при  $Y < 2$  стеклообразование невозможно из-за появления коротких цепочек или изолированных фрагментов – «островков». Оптимальным фактором связности структуры расплава по Ермоленко для получения волокна нами приняты значения 3,3 – 3,4, что совпадает с данными характерными для промышленных силикатных стекол. Рассчитать данный показатель для всех проб и заполнить таблицу 5.

Одним из основных показателей при расчете состава шихты для производства минеральной ваты является модуль кислотности ( $M_k$ ), представляющий собой отношение суммы процентного содержания (по массе) в сырье кислых оксидов – кремнезема ( $SiO_2$ ) и глинозема ( $Al_2O_3$ ) к сумме масс основных оксидов – кальция ( $CaO$ ), магния ( $MgO$ ). Значения рассчитанных значений модуля кислотности, проведенные по формуле 5, приведены в таблице 5.

$$M_k = (SiO_2 + Al_2O_3 + P_2O_5) / (CaO + MgO + K_2O + Na_2O) \quad (5)$$

Согласно ГОСТ 4640-93 «Вата минеральная» вату с диаметром волокна от 6 до 12 мкм в зависимости от значения  $M_k$  подразделяют на три типа: А – с  $M_k$  свыше 1,6; Б – с  $M_k$  от 1,4 до 1,6; В – с  $M_k$  от 1,2 до 1,4. Все четыре состава относятся к типу А (табл. 6). С увеличением  $M_k$  увеличивается водостойкость волокна, а, следовательно, его долговечность. Однако водостойкость

волокна зависит не только от  $M_k$ , но и от количества отдельных оксидов. Для сравнения в табл. 6 приведены значения некоторых свойств минерального волокна, полученного из разных продуктов.

Модуль кислотности используется для предварительной оценки химического состава шихты. При оперативном подборе шихты наряду с  $M_k$  следует учитывать и вязкостные свойства расплава, которые характеризуются модулем вязкости  $M_v$  (формула 6). По результатам различных исследований и практическому опыту допустимыми считаются значения  $M_v$  меньше 1,4.

$$M_v = (\text{SiO}_2 + 2\text{Al}_2\text{O}_3) / (2\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{FeO} + \text{CaO} + \text{MgO} + 2\text{K}_2\text{O} + 2\text{Na}_2\text{O} + \text{TiO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5)$$

**Таблица 5** – Расчетные и рекомендуемые значения показателей

№ пробы	Фактор связности структуры		Модуль кислотности		Модуль вязкости	
	расчетный	рекомен.	расчетный	рекомен.	расчетный	рекомен.
П-1		3,3 – 3,4		выше 1,6		ниже 1,4
П-2						
П-3						
П-4						

**Таблица 6** – Характеристики некоторых видов волокон

Свойства	Минеральное волокно			ГОСТ 4640-93 (тип А)
	из золы	из продуктов сжигания сланцев	из базальта	
модуль кислотности	< 9,28	< 29,59	< 5,31	< 1,6
средний диаметр волокна, мкм, не более	9	10	8	12
содержание корольков, %	18	25	16	25
длина волокна, мм	50 – 90	60 – 90	50 – 70	40 – 60

Важными технологическими параметрами производства базальтовых волокон являются начальная и конечная температуры плавления сырья. Эти величины косвенно характеризуют энергозатраты на получение расплава.

Проведенный анализ существующих способов получения силикатных расплавов и обобщенные данные по номенклатуре материалов, получаемых из силикатных расплавов, температуре их выработки и содержанию в сырье  $\text{SiO}_2$  показали, что температуры выработки напрямую связаны с количеством в сырье  $\text{SiO}_2$ . Для высокотехнологического производства рекомендуется использовать породы с содержанием  $\text{SiO}_2$  не менее 53 %. Из табл. 7 видно, что температуры выработки превышают 1400 °С. По другим источникам температуры плавления и выработки в зависимости от породы и месторождения находятся на уровне 1100 °С (табл. 8).

**Таблица 7** – Материалы, получаемые через силикатный расплав

Материал	Содержание SiO <sub>2</sub> , %	Температура выработки, °С
Стекловолокно	65–75	1450–1500
Минеральное волокно	43–65	1500–1700
Стеклокристаллический материал	43–65	1500–1700
Литые каменные изделия	43–65	1450–1500
Кварцевое стекло	98–99	1700–1750

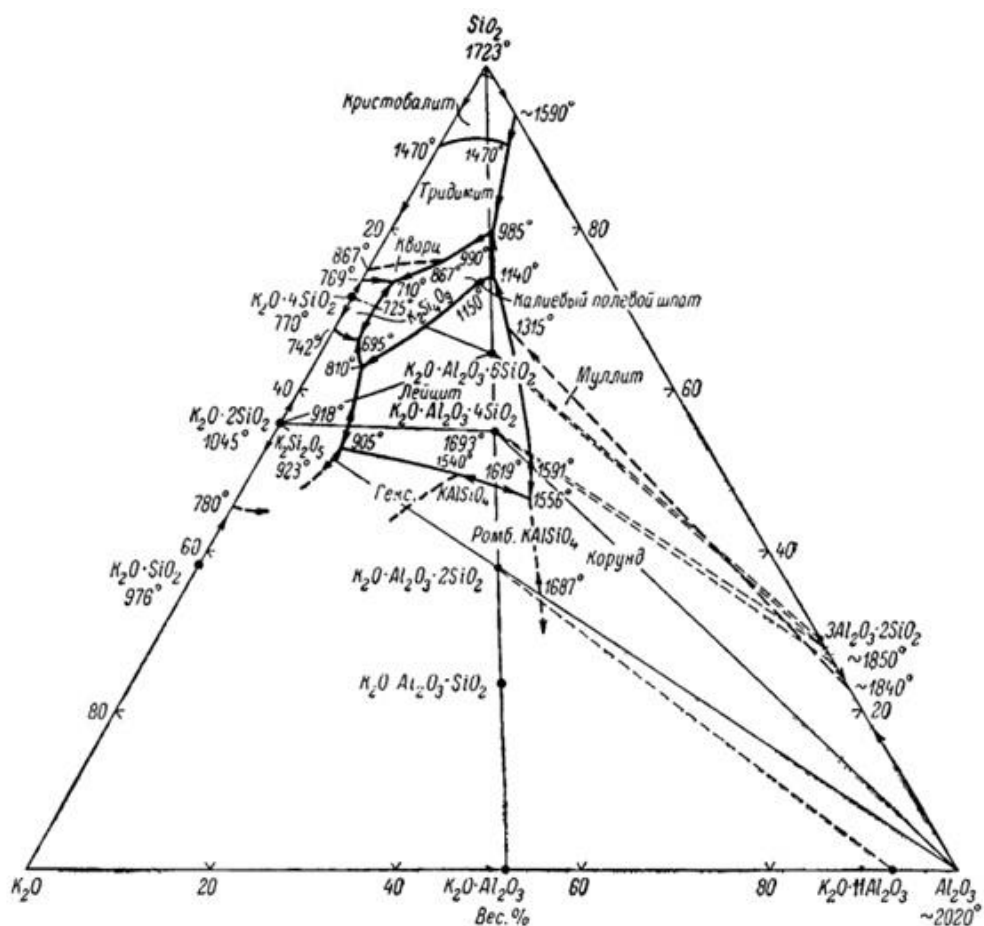
**Таблица 8** – Начальная и конечная температуры плавления разных пород, температурный интервал выработки и диаметр непрерывных волокон

Стран, порода	Температура плавления, °С		Температура выработки, °С	Диаметр волокна, мкм
	начальная	конечная		
Таджикистан, порфирит	1150	1380	1320 – 1420	9,0 – 12,0
Узбекистан, базальт	1140	1340	1310 – 1390	10,0 – 14,0
Сирия, тефритобазальт	1110	1320	1300 – 1400	9,0 – 12,0
Грузия, базальт	1150	1400	1360 – 1450	9,0 – 14,0
Китай, толеитовый базальт	1120	1320	1275 – 1350	8,0 – 11,0
Украина, андезитобазальт	1165	1400	1370 – 1450	8,0 – 13,0

Температуру полного расплавления породы приблизительно можно определить по диаграммам состояний различных систем. Исследуемая порода сланцев содержит до 57 % SiO<sub>2</sub>, достаточно высокое количество оксидов калия (26-32 %) и оксида фосфора (6,8-12 %) и алюминия (4,9 – 6,6 %). Для предварительной оценки температурной области плавления породы необходимо провести анализ диаграммы трехкомпонентной системы K<sub>2</sub>O – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiO<sub>2</sub> (рис. 4). С этой целью химический состав породы пересчитывается на трехкомпонентный состав. Для этого оксиды разделим на три группы: группа оксидов, понижающих вязкость, включает K<sub>2</sub>O Na<sub>2</sub>O, CaO, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, группа стеклообразователей – SiO<sub>2</sub> и P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, и группа промежуточных оксидов, включает Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и TiO<sub>2</sub>. Пересчитанный трехкомпонентный состав внести в табл. 9. Найти точки составов на диаграмме и определить в поле какого соединения они попадают и какова температура плавления, посторить путь кристаллизации.

**Таблица 9** – Пересчитанный химический состав проб сланцевой породы

№ пробы	Содержание оксидов					
	K <sub>2</sub> O		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		SiO <sub>2</sub>	
	мас. %	мол. %	мас. %	мол. %	мас. %	мол. %
П-1						
П-2						
П-3						
П-4						



**Рисунок 4** – Диаграмма состояния  $K_2O - Al_2O_3 - SiO_2$

По значениям модулей и температурам плавления четырех проб сделать выводы о стеклообразующей способности расплава сланцевой породы и оценить его способность к волокнообразованию.

### 2.1.2 Расчет вязкостных характеристик расплава породы

Условия получения базальтовых непрерывных волокон напрямую зависят от вязкости. Из практики получения волокон из горных пород известно, что интервал вязкости, в котором возможно изготовление волокна, составляет 10,32 – 10,38 Па с (103,2 – 103,8 пз). Непрерывные волокна формируются из расплавов, вязкость которых при температуре выработки находится в интервале 10 – 30 Па с. Чем ниже температура, которая отвечает этому интервалу, тем больше срок службы фильерных сосудов. Желательно, чтобы верхняя граница кристаллизации была также как можно ниже. Процесс формирования непрерывного волокна происходит при температурах от 1450 до 1250 °С, температура верхней границы кристаллизации 1260 °С.

Вязкость является функцией химического состава, главным образом, содержания кремнезема. В табл. 2 приведена классификация расплавов горных пород по группам вязкости, которая показывает данную зависимость.



Определить к какому классу относятся пробы сланцевой породы по содержанию  $\text{SiO}_2$ . Для рассматриваемых проб сланцевой породы рассчитать вязкость с использованием программы Sky Glass. Результаты расчета привести в табл. 10 и построить температурные зависимости (рис. 5).

**Таблица 10** – Вязкостные характеристики расплава

№ пробы	Температура расплава при его вязкости ( $\text{Log } \eta$ )				$\text{Log } \eta$ при температуре, °С				
	3	4	5	6	1100	1200	1300	1400	1500
П-1									
П-2									
П-3									
П-4									

По мере увеличения температуры силикатного расплава его вязкость понижается и может достигнуть значений, при которых силы поверхностного натяжения способствуют обрыву непрерывного волокна и образованию капель. При низкой вязкости легче происходит затекание стекломассы на фильтерную пластину, что усложняет образование волокон. Температура затекания определяется поверхностным натяжением расплава на платиновой пластине при данной температуре. В нижней части рабочего интервала вязкости стекло течет более свободно, и соотношение вязкости и поверхностного натяжения стекла становится неопределенным, что приводит к пульсирующему характеру истечения стекломассы. Рассчитать значения поверхностного натяжения расплавов сланцевой породы и привести данные в таблице 11.

В производстве волокна влияние поверхностного натяжения различно на разных стадиях технологического процесса. Небольшое поверхностное натяжение способствует удалению из стекломассы пузырьков газа, но при этом увеличивается смачиваемость платины, что может привести к затеканию фильерного поля. При уменьшении поверхностного натяжения облегчается взаимодействие стекломассы с огнеупором печи, что приводит к его коррозии. Поверхностное натяжение, составляющее для промышленных стекол 0,25 – 0,35 Н/м, зависит от состава стекла и мало зависит от температуры. На значение поверхностного натяжения влияют оксиды элементов 2 группы. В ряду  $\text{Li}^+ \rightarrow \text{Na}^+ \rightarrow \text{K}^+$  с увеличением радиуса катиона влияние оксидов на поверхностное натяжение уменьшается.

Способность расплавов к волокнообразованию характеризуется отношением вязкости к поверхностному натяжению. Условно расплавы стекол для получения различных видов волокон делят на высоковязкие (при отношении вязкости к поверхностному натяжению более 1000) и маловязкие, для которых это

отношение меньше 100. Все исследуемые пробы сланцевой породы, за исключением состава 3, относятся к группе высоковязких расплавов.

Для получения тонкого (диаметром 5 – 9 мкм) непрерывного волокна фильерным способом стекло должно иметь температуру исчезновения кристаллов не выше 1100 – 1150 °С, так как в противном случае процесс вытягивания волокна затрудняется в результате кристаллизации стекла в фильерах, что сопровождается повышенной обрывистостью волокна и понижением его прочности. Стекловолокно из алюмоборосиликатного стекла имеет вязкость  $10^{4,6} - 10^5$  Па·с. Применение стекол различного химического состава, обладающих более низкой вязкостью при температуре формования, возможно только при условии их малой склонности к кристаллизации. Поэтому для оценки кристаллизационной способности расплава по формуле 6 рассчитан индекс кристаллизации.

$$ИК = (T_{л} - T_{г}) \quad (6)$$

где  $T_{л}$  – температура Литтлтона, при которой вязкость стекла  $10^{6,6}$  П·с;

$T_{г}$  – температура стеклования, соответствующая вязкости  $10^{12,5}$  П·с ( $10^{13,5}$  пз).

Индекс кристаллизации (ИК) характеризует склонность расплава к кристаллизации в зависимости от их низкотемпературной вязкости. При ИК больше нуля расплав имеет низкую кристаллизационную способность, при ИК меньше нуля – высокая кристаллизационная способность.

Повышенная способность к кристаллизации волокон при высоких температурах влияет на нижний предел температурного интервала получения волокон. Если склонность стекломассы к кристаллизации большая, процесс приходится вести при более высокой температуре, чем температура, которая отвечает необходимой вязкости, что приводит к возникновению дополнительных технических трудностей (затекание фильер).

**Таблица 11** – Поверхностное натяжение и индекс кристаллизации

№ пробы	Поверхностное натяжение (Н/м) при температуре °С				Температуры размягчения и стеклования		ИК
	900	1200	1300	1400	$T_{л}$	$T_{г}$	
П-1							
П-2							
П-3							
П-4							

Оценить по значениям индекса кристаллизации рассматриваемых сланцев кристаллизационную способность расплавов.

## 2.2 Экспериментальная часть

### 2.2.1 Получение образца волокна и определение его характеристик

Для получения расплава сланцевую породу измельчить на щековой дробилке до фракции размером 5 – 10 мм и помолоть в шаровой мельнице до порошка с удельной поверхностью  $2000 \pm 100$  см<sup>2</sup>/г (измерение на ПСХ-2). Порошок засыпать в корундовый тигель вместимостью 80 мл и нагреть в электрической печи до температуры 1350 °С, со скоростью подъема 100 °С/час. Вытягивание волокна провести с помощью металлического прутка-затравки через верхнюю часть тигля и оттягиваем луковицы стекломассы, прилипшей к нему. Оценить толщину и длину полученного волокна. Оставшийся расплав охладить путем грануляции в воду. Определить физико-механические характеристики волокон согласно требованиям ГОСТов 6943.2–79 (определение диаметра элементарной нити) и 6943.10–79 (определение разрывной нагрузки). Сделать выводы по работе о степени пригодности сланцевой породы для производства непрерывного волокна.

### 2.2.2 Определение свойств минераловатной плиты

**Определение плотности.** Плотность определяют на образцах или на изделиях, в которых отклонения от правильной формы не превышают предельных значений, установленных в нормативных документах на продукцию конкретного вида. Определение плотности на образцах допускается для изделий, имеющих длину более 500 мм. При этом длина образца должна быть не менее 500 мм, ширина - не менее 500 мм или равна ширине изделия. Отбранное для испытания изделие или образец взвешивают с погрешностью не более 0,5 %. Затем измеряют размеры изделия или образца (длину, ширину, толщину, диаметр) и вычисляют его объем. Если изделие (образец) имеет покровный материал, масса которого превышает 2 % массы изделия (образца), то ее необходимо вычесть из массы изделия (образца). Объем изделия (образца), вычисляют без учета толщины покровного материала, если его номинальная толщина превышает 1 мм.

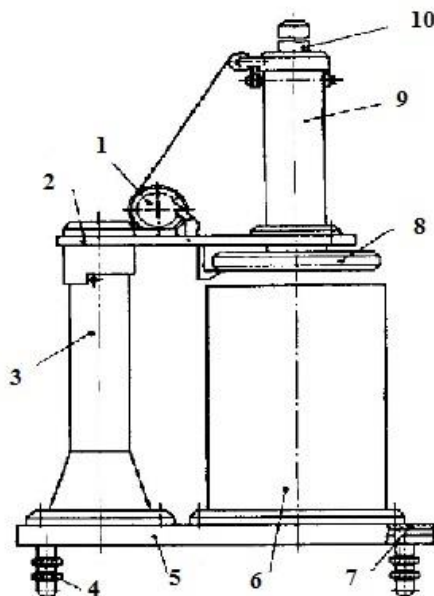
Плотность в килограммах на кубический метр вычисляют для изделий (образцов) без покровного материала по формуле:

$$d = m / (V (1 + 0,01 W))$$

где - масса изделия, кг;  $W$  - влажность изделия, % ;  $V$  – объем изделия, м<sup>3</sup>.

**Определение плотности рыхлых волокнистых материалов.** При помощи храповика 1 шт. прибора 10 (рис. 5) с диском 8 поднимают в крайнее верхнее положение и поворачивают его влево на 90°. Предварительно взвешенную пробу волокнистого материала массой  $500 \pm 10$  г укладывают

горизонтальными слоями в цилиндр 6. Затем кронштейн 2 поворачивают обратно на  $90^\circ$  и при помощи храповика 1 шток 10 с диском 8 опускают в цилиндр 6 на испытуемый материал, при этом освобождается канат храповика 1. Через 5 мин выдержки материала под удельной нагрузкой ( $2000 \pm 30$ ) Па производят с погрешностью не более 0,5 мм отсчет показания толщины пробы по шкале прибора. Пробу удаляют через нижнюю часть цилиндра 6, выдвинув задвижку 7.



**Рисунок 5** – Толщиномер проб:

1 – храповик, 2 – кронштейн, 3 – колонна, 4 – установочный винт, 5 – основание, 6 – цилиндр, 7 – задвижка, 8 – диск, 9 – корпус, 10 – шток.

Объем рыхлого волокнистого материала под удельной нагрузкой ( $2000 \pm 30$ ) Па вычисляют в кубических метрах с округлением до 0,0001 по формуле:

$$V = \pi R^2 h$$

где  $R$  - внутренний радиус цилиндра, м;  $h$  - высота сжатого слоя материала в цилиндре, м.

Плотность материала в килограммах на кубический метр под удельной нагрузкой ( $2000 \pm 30$ ) Па вычисляют:  $d = m / (V (1 + 0,01W))$

где  $m$  - масса пробы рыхлого волокнистого материала, кг;  $V$  - объем, занимаемый пробой в приборе под удельной нагрузкой ( $2000 \pm 30$ ) Па,  $W$  - влажность материала, %.

**Определение влажности.** Пробу массой  $5 \pm 0,1$  г помещают в предварительно высушенный и взвешенный стаканчик или тигель и высушивают в сушильном электрошкафу до постоянной массы. После высушивания перед каждым повторным взвешиванием стаканчик или тигель с пробой охлаждают

в эксикаторе над хлористым кальцием. Влажность в процентах вычисляют по формуле:

$$W = ((m_1 - m_2) / (m_2 - m_3)) \cdot 100$$

где  $m_1$  - масса стаканчика или тигля с пробой до высушивания, г;  $m_2$  - масса стаканчика или тигля с пробой, высушенной до постоянной массы, г;  $m_3$  - масса стаканчика или тигля, г.

**Определение водостойкости (рН).** Из каждой точечной пробы ваты, или объединенной пробы, отбирают пробу для анализа массой  $(20 \pm 2)$  г. Пробу помещают в выпарительную чашку или фарфоровый тигель и прокаливают в электропечи при температуре  $(600 \pm 10)$  °С в течение 20 мин для удаления органических веществ. Часть прокаленной пробы массой  $(5 \pm 0,5)$  г растирают в фарфоровой ступке до прохождения порошка через сито с сеткой N 005.

Порошок массой 0,5 г, прошедший через сито с сеткой N 005 и взвешенный с погрешностью не более 0,001 г, переносят в лабораторный стакан, смачивают несколькими каплями этилового спирта и добавляют 100 мл 0,01 N раствора соляной кислоты. В стакан опускают стержень электромеханической (или электромагнитной) мешалки и электроды рН-метра, включают мешалку и песочные часы. При отсутствии электромеханической мешалки допускается перемешивать раствор вручную. Через 10 мин записывают значения рН с погрешностью не более 0,2. Водостойкость ваты определяют и записывают отдельно для каждой пробы и вычисляют как среднеарифметическое значение результатов параллельных испытаний.

**Определение содержания органических веществ.** Тигель с пробой помещают в камерную электропечь и при температуре  $600 \pm 10$  С выдерживают в течение 2 ч. Затем тигель с пробой охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают. Содержание органических веществ в процентах вычисляют по формуле:  $Z = ((m_1 - m_2) / (m_1 - m_3)) \cdot 100$

где  $m_1$  - масса тигля с пробой, высушенной до постоянной массы, г;  $m_2$  - масса тигля с пробой после прокаливания, г;  $m_3$  - масса тигля, г.

Результат испытания округляют до 0,1 %.

**Определение прочности на сжатие при 10 % -ной линейной деформации.** Из изделия выпиливают образец в форме параллелепипеда длиной и шириной  $100 \pm 1$  мм и толщиной, равной толщине изделия. Предел допускаемой погрешности измерения длины и ширины образца линейкой  $\pm 0,5$  мм, штангенциркулем  $\pm 0,1$  мм.

Для проведения испытания образец помещают в машину таким образом, чтобы сжимающее усилие действовало по вертикальной оси образца, и измеряют нагрузку, при которой он уплотняется (деформируется) на 10 %. Измерение деформации образца производят индикатором часового типа. От-

чет деформации образцов начинают при удельной нагрузке на образец  $2000 \pm 100$  Па. Прочность на сжатие при 10 %-ной линейной деформации в  $R_{10}$  в МПа ( $\text{кг}/\text{см}^2$ ) вычисляют по формуле:  $R_{10} = P / l b$

где  $P$  - нагрузка при 10 %-ной линейной деформации, Н, (кгс);  $l$  - длина образца, мм (см);  $b$  – ширина образца, мм (см).

Результат испытания округляют до 0,01 МПа.

**Определение среднего диаметра волокна.** Из 10 пучков волокон, отобранных из различных мест пробы материала, готовят десять препаратов. Из каждого отобранного пучка ваты на отдельном предметном стекле готовят один препарат, содержащий не менее 100 волокон. Пучок волокон берут пинцетом и ножницами обрезают один из его концов на расстоянии около 5 мм от пинцета. Затем делают второй срез ближе к пинцету на расстоянии 2-3 мм от первого таким образом, чтобы отрезанные кусочки волокон расположились посередине стекла. Рядом с ними на стекло наносят каплю 5%-ного раствора кедрового либо пихтового бальзама, либо канифоли в этиловом спирте. Затем, наблюдая через бинокулярный микроскоп или лупу, отрезанные кусочки волокон иголкой переносят в каплю и равномерно одним слоем распределяют на предметном стекле. Препараты выдерживают в течение 30-40 мин в сушильном шкафу при температуре 70-105 °С в зависимости от применяемого раствора. После этого препарат охлаждают в помещении.

Остывшие препараты поочередно устанавливают в препаратодитель столика микроскопа. При работе с объективом на середину препарата с приклеенными волокнами наносят 2-3 капли глицерина и сверху плотно прикладывают покровное стекло. Излишек глицерина, выходящий за пределы покровного стекла, удаляют фильтровальной бумагой, добиваясь полного прилипания покровного стекла к препарату. При работе с иммерсионным объективом измерения проводят без покровного стекла, осторожно погружая объектив прямо в каплю глицерина. Затем включают освещение и движением ручек препаратодителя добиваются совпадения центра препарата с оптической осью микроскопа. Измерения начинают с волокна, расположенного наиболее близко к полю зрения. Движением одной ручки препаратодителя волокно переводят в центр поля зрения. Вращением столика микроскопа ориентируют волокно в поле зрения вертикально. В журнал записывают значения диаметра волокна в делениях окулярного микрометра или шкалы окуляра. Возвращают столик микроскопа в исходное положение. Затем движением одной произвольно выбранной ручки препаратодителя передвигают препарат до проявления второго волокна в центре поля зрения и повторяют все вышеперечисленные приемы измерения. Движением той же ручки препа-

ратоводителя добиваются появления в поле зрения последующих волокон, которые все подряд без пропуска измеряют в точке пересечения их с центром зрения независимо от того, попадают ли в эту точку искривленные, утолщенные или утонченные участки волокон. В одном препарате измеряют 10 волокон. Средний диаметр в микрометрах рассчитывают по формуле:

$$D = q \text{ Ц}$$

где  $q$  - средний диаметр волокон в делениях окулярного микрометра; Ц – цена деления окулярного микрометра, мкм.

**Определение содержания неволокнистых включений.** Суспензионный ("мокрый") метод определения содержания неволокнистых включений в минеральной вате заключается в измельчении пробы минеральной ваты в фарфоровой ступке с водой и последующем пропускании суспензии через сито. "Мокрый" метод применяют для определения содержания неволокнистых включений в вате марки ВМ-35.

Отбирают пробы массой не менее 5 г каждая. Взвешенную пробу прокалывают в электропечи при температуре  $(600 \pm 10)$  °С в течение 30 мин, затем растирают в фарфоровой ступке под водой с помощью пестика с резиновым наконечником. Полученную суспензию пропускают через сито с размером ячейки не более 1 мм в стеклянную чашу. Остаток на сите вновь растирают в фарфоровой ступке. Вся проба должна пройти через сито. Полученную суспензию сливают в стакан высотой 150 мм с двумя метками, расположенными на расстоянии 100 мм друг от друга. Полученную суспензию разбавляют водой до верхней метки стакана, перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником и через 10 с сливают столб жидкости между двумя метками. Операцию повторяют до получения прозрачного столба жидкости между метками, которую вновь сливают до первой от дна метки. Оставшуюся жидкость убирают при помощи пипетки. Неволокнистые включения, оставшиеся на дне стакана, сушат при  $105 \pm 5$  °С не менее 40 мин. Затем стакан с неволокнистыми включениями охлаждают. Неволокнистые включения просеивают через сито с размером ячейки 0,25 мм. Остаток на сите взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,1$  г. Содержание неволокнистых включений, %, вычисляют.

$$B = (M_1/M_2) 100$$

где  $M_1$  - масса неволокнистых включений, г;  $M_2$  - масса первоначальной пробы, г.

Содержание неволокнистых включений в товарной вате определяют и записывают отдельно для каждой пробы. Содержание неволокнистых включений в вате, применяемой для изготовления изделий, вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытания двух проб, отобранных из объединенной пробы.

**Метод определения модуля кислотности минеральной ваты.** Сущность метода заключается в определении количества уксусной (или соляной) кислоты, израсходованной на растворение единицы массы пробы минеральной ваты, и установлении по калибровочному графику модуля кислотности. Калибровочные графики строят для каждого предприятия-изготовителя в зависимости от применяемого сырья.

Пробу минеральной ваты массой г помещают в выпарительную чашку и обжигают в камерной электропечи при температуре 600 °С в течение 15-20 мин для удаления замасливателя или связующего, затем охлаждают до температуры °С, растирают в фарфоровой ступке до прохождения через сетку № 005.

**Определение количества уксусной кислоты, израсходованной на растворение пробы минеральной ваты при водостойкости более 4.** Порошок минеральной ваты массой (0,5±0,01)г, подготовленный в соответствии с 22.3, взвешивают на лабораторных весах с погрешностью ±0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, заливают при помощи пипетки 20 мл раствора уксусной кислоты и перемешивают электромагнитной мешалкой в течение 15 мин. При отсутствии электромагнитной мешалки допускается перемешивать вручную путем взбалтывания до полного растворения порошка. После перемешивания раствор фильтруют через фильтровальную бумагу в сухой стакан. 10 мл фильтрата переносят при помощи пипетки в коническую колбу вместимостью 100 мл, титруют раствором едкого натра или калия (далее - раствор щелочи) в присутствии фенолфталеина до появления розовой окраски и определяют объем раствора щелочи, израсходованный на титрование фильтрата. В другую колбу вливают 10 мл раствора уксусной кислоты, титруют раствором щелочи в присутствии фенолфталеина также до появления розовой окраски и определяют объем раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты.

**Определение количества уксусной кислоты, израсходованной на растворение пробы минеральной ваты при водостойкости менее 4.** Приготовление фильтрата, титрование и определение объема раствора щелочи, израсходованного на титрование фильтрата и соляной кислоты, осуществляют аналогично. При этом время перемешивания электромагнитной мешалкой должно быть не менее 20 мин, а титрование фильтрата соляной кислотой проводят в присутствии индикатора метилового красного до появления желтой окраски. Количество уксусной или соляной кислоты в грамм-эквивалентах, израсходованное на растворение 1 г пробы, вычисляют по формуле

$$Z = (2C (V_2 - V_1)) / (m 1000)$$



где  $C$  - концентрация раствора щелочи, г-экв./л;  $V_2$  - объем 0,2 н. раствора щелочи, израсходованный на титрование 1 н. раствора уксусной или соляной кислоты, мл;  $V_1$  - объем 0,2 н. раствора щелочи, израсходованный на титрование фильтрата, мл;  $m$  - масса пробы, г.

Мк минеральной ваты находят в координатах: модуль кислотности - количество уксусной или соляной кислоты, израсходованное на растворение единицы массы пробы минеральной ваты. Для построения калибровочного графика из одних и тех же компонентов шихты, взятых в различных соотношениях (10-15 вариантов) с таким расчетом, чтобы минимальный Мк шихты отличался от максимального Мк не менее чем на 0,4-0,5, получают минеральную вату. Для каждой пробы минеральной ваты рассчитывают на основании результатов химического анализа по ГОСТ 18866. На основании полученных данных строят калибровочный график в координатах.

#### **Определение теплопроводности.**

Теплопроводность при температуре 10 °С, 25 °С и 125 °С определяют по ГОСТ 7076, при температуре 300 °С - методом экстраполяции. Испытания проводят при определенной плотности минеральной ваты.

**Выводы по работе:** Сравнить полученные значения физико-механических свойств с показателями ГОСТ 4640-2011. Вата минеральная (табл. 12) и сделать вывод о соответствии.

**Таблица 12 – Физико-механические и теплофизические показатели**

Наименование показателя	Значение показателя для марки			
	ВМ-35	ВМ-50	ВМ-70	
Плотность, кг/м <sup>3</sup> , не более	35	50	70	
Модуль кислотности, не менее	2,0	1,6	1,4	
Водостойкость, рН, не более	3,5	4,0	4,0	
Средний диаметр волокна, мкм, не более	3	6	8	
Содержание неволоконистых включений размером св. 0,25 мм, % по массе, не более	8	12	16	
Влажность, % по массе, не более	1,0	1,0	1,0	
Содержание органических веществ, % по массе, не более	2,0	1,5	1,5	
Теплопроводность, Вт/(м·К), не более, при температуре: 283 К (10 °С)	0,038	0,037	0,036	
	298 К (25 °С)	0,040	0,039	0,038
	398 К (125 °С)	0,070	0,065	0,050

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Стекланные волокна / Асланова М.С., Колесов Ю.И., Хазанов В.Е. и др.; Под редакцией Аслановой М.С. – М.: Химия, 1979. – 256 с.
2. Основы производства базальтовых волокон и изделий / Д. Д. Джигирис, М.Ф. Махова. – М.: Теплоэнергетик, 2002. – 416 с.
3. Технологические аспекты пригодности горных пород различных месторождений для получения базальтового непрерывного волокна / Новицкий А.Г., Ефремов М.В. Стекло и керамика 2012, № 12. С. 22-26.
4. Оценка возможности использования горных пород Сибири и Дальнего Востока в производстве базальтовых волокон /О.С. Татаринцева, Н.Н. Ходакова Базальтовые технологии, № 1 - 2012, С. -15-17.
5. Структура, состав, свойства и формирование стеклнного волокна / Под ред. М.С. Аслановой.– Ч. II. – 1969.– 90 с., Махова М.Ф., Бачило Т.М., Томилко Г.Ф. // В кн. «Промышленность полимерных, мягких кровельных и теплоизоляционных материалов»: Реф. информ. – М.: ВНИИЭСМ, 1975. – Вып. 6. – С. 20-22.
6. Габбро-базальтовое сырьё для производства базальтового волокна. Промышленность строительных материалов. Серия 6. Вып. 1-2. Ред. Раскина Э.М., Земцов А.И. М.-Пермь. 2003. С.96.
7. Каминская А.Ю. Химия и технология минерального волокна // Рос. Хим. ж. (Ж. Рос. Хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2003, № 4 С. 32 – 38.

Учебное издание

### **Минеральные волокна и свойства изделий на их основе**

Методические указания к выполнению лабораторных работ  
по курсу «Технологии силикатных композиционных материалов»  
для студентов **1 курса** магистратуры, обучающихся по направлению  
**18.04.01 «Химическая технология»**

*Составитель Казьмина Ольга Викторовна*


Отпечатано в Издательстве ТПУ в полном соответствии  
С качеством представленного оригинал-макета  
Подписано к печати 18.10.2021. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».  
Печать XEROX. Усл.печ.л. 9,01. Уч.-изд.л. 8,16.  
Заказ . Тираж 20 экз.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет



Система менеджмента качества  
Издательство Томского политехнического университета сертифицирована  
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту BS EN ISO  
9001:2018



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30 Тел./факс: 8(3822)56-35-35,  
www.tpu.ru