

(19)



(10) **LT 4804 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

- (11) Patento numeris: **4804** (51) Int. Cl.⁷: **C03B 37/005**
C08K 3/00
C04B 35/00
- (21) Paraiškos numeris: **2000 104**
- (22) Paraiškos padavimo data: **2000 11 06**
- (41) Paraiškos paskelbimo data: **2001 02 26**
- (45) Patento paskelbimo data: **2001 06 25**
- (62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —
- (86) Tarptautinės paraiškos numeris: **PCT/UA98/00006**
- (86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: **1998 04 20**
- (85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: **2000 11 06**
- (30) Prioritetas: —
- (72) Išradėjas:
Vera Vasilyevna EFANOVA, UA
- (73) Patento savininkas:
Vera Vasilyevna EFANOVA, 40 a, ul. Geroyev Dnepra, apt. 284, 254214 Kiev, UA
Vladimir Nikolayevich SHULYAK, 58, ul. Buyko, 08500 Kievskaya obl., Fastov, UA
- (74) Patentinis patikėtinis:
Liudmila GERASIMOVICH, J. Basanavičiaus g. 16/5-41, 2009 Vilnius, LT

- (54) Pavadinimas:
Kompozitų mineralinis plokštelinis užpildas

- (57) Referatas:

Kompozitų mineralinis plokštelinis užpildas priklauso dispersinėms plokštelinėms medžiagoms nenustatytos cheminės sudėties, kurios gali būti pagamintos iš mineralų, turinčių žemesnių geležies oksidų (geriausiai bazalto, kopų smėlio ir t.t.), išlydant pradinį mineralą, suformuojant kietas plokštelines sustiklėjusias daleles iš lydalo, termochemiškai apdorojant plokštelinę medžiagą 680-850 °C temperatūros oksiduojančioje atmosferoje, kol susidaro mažiausiai 12% svorio kristalinės fazės ir mažiausiai 7×10^{19} spin/cm³ reaktyvių paramagnetinių centrų ir ataušinant oru. Mažiausiai 30 % visų siūlomo užpildo dalelių turi skersmens vidutinį dydį apie 100 μm ir mažiausiai 14×10^{19} spin/cm³ paramagnetinių centrų.

Išradimas priklauso dispersinėms plokštelinėms medžiagoms nenustatytos cheminės sudėties, kurios gali būti pagamintos iš mineralų, turinčių žemesnių geležies oksidų (geriausiai bazalto, kopų smėlio ir t.t.), išlydant mineralus, susmulkinant lydalą į žvynų pavidalo kietas sustiklėjusias plokšteles, toliau sekant cheminės modifikacijos bei nepilnos kristalizacijos procesams termochemiškai apdorojant plokštelinę medžiagą oksiduojančioje atmosferoje.

Tokios plokštelės gali būti naudojamos kaip reaktyvus užpildas įvairiems kompozitams, daugiausiai galintiems polimerizuotis kompozitams, gaminant apsaugines ir kartu dekoratyvines dangas, pasižyminčias aukštu atsparumu oro ir vandens poveikiui (apsaugant metalines talpas, tiltus, esančias atviroje jūroje gręžimo platformas ir t.t.) ir/arba atsparumu trinčiai (pvz. šlamo linijose).

Technikos lygis

Sprendžiant pagal esamo techninio lygio aprašymą, minėtų savybių užpildas yra labai aktualus.

Toks užpildas gali tenkinti eilę vis griežtesnių reikalavimų, kuriuos nelengva derinti. Pageidaujama, kad šis užpildas būtų:

- kiek įmanoma reaktyvus, šią savybę nustatant bent jau paviršiaus plotui ir, geriausiai, aktyvių centrų buvimu minėtų plokštelių paviršiuje. Aktyvūs centrai yra faktorius, palengvinantis oligomerinių rišiklių polimerizavimą ir cheminių ryšių tarp makromolekulių ir neorganinių komponentų susidarymą.

- kiek įmanoma mechaniškai stiprus, tuo būdu suteikiant stipresnę struktūrą pagamintiems kompozitams net ir su mažomis plokštelinio užpildo koncentracijomis.

- kiek įmanoma chemiškai stabilus (ypatingai atsparus korozijai), kad palengvintų laikymą ir naudojimą plokštelių, gaminant daugelį kompozitų rūšių, iš žaliavos, kuri paprastai turi spartinančią koroziją ingredientų.

- prieinamas daugumai vartotojų dėl plataus masto gamybos ir žemos kainos. Patenkinti šiuos reikalavimus atskirai paimtus nėra pernelyg sunku.

Žinomas esantis komercinėje apyvartoje mineralinis plokštelinis užpildas kompozitams, turintis 0,5 - 5,0 μm storio ir 100 - 400 μm skersmens sustiklėjusios medžiagos plokštelių arba 10-70 svorio dalių tokių plokštelių mišinio su 10-150 svorio dalių plokštelių metalinių pigmentų (JAV patentas Nr. 4 363 889).

Stiklo plokštelės yra ypatingai trapios ir pasižymi žemu paviršiaus reaktyvumu, išskyrus papildomai apdorotas (pvz. metalizuojant vakuume), bet metalizuotos plokštelės su gerai išvystytu paviršiumi nėra atsparios korozijai.

Taip pat žinomas plokštelinis užpildas iš žerutinių geležies oksido pigmentų. (E. Carter. Micaceous iron oxide pigments in high performance coatings. Polymer Paint Colour Journal. 1986, vol. 176, Nr. 4164. pp. 226, 228, 230, 232, 234). Palyginus su stiklinių plokštelių užpildu, jis yra ilgaamžiškesnis ir chemiškai stabilesnis.

Tačiau toks užpildas yra brangus, todėl jo naudojimas yra patartinas pritaikant apsaugines dangas tikrai tokiems gaminiams ir struktūroms, kur išlaidos dėl pakenkimų žymiai didesnės už apsaugojimo priemones.

Tikimasi, kad vienas iš perspektyviausių būdų gauti tinkamus polimeriniams kompozitams plokštelines užpildus būtų plokštelių, pagamintų iš natūralių mineralų, panaudojimas.

Siūlomo išradimo autorė dalyvavo kuriant technologinių sprendimų paketą, įskaitant:

- Smulkiai disperguotų plokštelių sukūrimo gamybos būdą (Patentas SU 1 831 856);
- Įrenginį smulkiai disperguotų plokštelių gamybai (Patentas SU 1 823 293);
- Smulkiai disperguotų plokštelių šiluminio apdorojimo būdą ir įrenginį (Patentas RU 2 036 748);

Patentas SU 1 831 856 aprašo mineralinį plokštelinį užpildą, pagamintą išlydant bazaltą ir disperguojant lydalą, turint tikslą suformuoti elipsoidines

plokšteles. Pagal mikroskopinę jų formos ir dydžio analizę, plokštelės yra charakterizuojamos mažiausios ir didžiausios elipsės ašies santykiu su nukrypimais nuo apvalios formos 0,80 ir 0,95.

Tokios plokštelės pasilieka stiklo pavidalo būvyje ir yra chemiškai nestabilios dėl žemesnių geležies oksidų, būdingų bazaltui (ir kopų smėliui), naudojamų kaip žaliavos medžiaga. Šitos plokštelės taip pat turi žemą cheminį aktyvumą.

Patente SU 1 823 293 aiškinama mineralinio plokštelinio užpildo gamyba iš esmės tokiu pačiu būdu, ir tas užpildas, palyginus su aukščiau aprašytu, yra priimtinesnis dėl jo dalelių dydžio, būtent, jį sudaro iki 99% plokštelių iš esmės vienodos formos ir dydžio. Tačiau šios plokštelės vėl pasilieka stiklo pavidalo būvyje, yra chemiškai nestabilios ir turi žemą cheminį aktyvumą.

Artimame siūlomam išradimui patente RU 2 036 748 minėti mineralinio plokštelinio užpildo trūkumai yra pašalinti.

Šis užpildas yra pagamintas lydant pradinį mineralą (bazaltą), formuojant kietas sustiklėjusių plokštelių daleles iš lydalo ir apdorojant šias daleles termochemiškai oksiduojančioje atmosferoje, kol susidaro iš esmės kristalinė struktūra. Termocheminis apdorojimas apima sustiklėjusių dalelių įkaitinimą 40° - 190° C/min greičiu iki 600° - 950° C temperatūros ir kartu 5 - 30 min. pučiant orą ir po to ataušinant mažiausiai 950° C/min. greičiu. Mineralinis plokštelinis užpildas, apdorotas kaip aprašyta, iš esmės neturi FeO ir turi didelį tankį (mažiausiai 3 g/cm^3), 1,5 karto didesnį, negu iš sustiklėjusių dalelių, didesnę kristalinės fazės (toliau kristališkumo) santykį (iki 53% svorio) ir žymų kiekį chemiškai aktyvių paramagnetinių centrų (PMC).

Šie privalumai sąlygoja žymų polimerinių kompozitų, sustiprintų (struktūrizuotų) aprašytomis mineralinėmis plokštelėmis, savybių pagerinimą, tinkamą apsauginėms ir apdailos dangoms su dekoratyviniu efektu.

(Веселовский Р. А., Ефанова В.В., Петухов И.П.. Исследование физико-химических, термодинамических и механических свойств граничных

слоев сетчатых полимеров. Механика композитных материалов. 1994, т. 30, №5. p. 3-11).

Tačiau buvo nustatyta, kad šis užpildas turi ne daugiau, negu 6×10^{19} spin/cm³ PMC, kurie yra aktyvūs mono- ir oligomerų polimerizavimo procese (Ефанова В.В.. Исследование свойств нового активированного базальтового наполнителя для покрытий. Экотехнологии и ресурсосбережение. 1993, № 5. p. 67-72). Kita vertus, žinomų užpildų cheminis aktyvumas ir kristališkumas nėra subalansuoti.

Be to, išradėjos nepaskelbtais eksperimentiniais duomenimis nustatyta, kad mineralinio plokštelinio užpildo aukšto kristališkumo siekimas taip pat nepasižymėjo efektyvumu. Pavyzdžiui, plokštelės, termochemiškai apdorotos 30 min. temperatūroje, artimesnėje mažiausioms nurodytojo temperatūrų intervalo reikšmėms, t. y. kiek aukštesnėje už 600°C, nerodo nei pastebimo kristališkumo, nei pastebimo cheminio aktyvumo augimo, o apdorojimo trukmės padidinimas virš 30 min sumažina pagaminamo produkto išeigą. Pakeitimas sąlyginai trumpalaikiu (apie 5-10 min) termocheminiu apdorojimu apie 900°C ar dar aukštesnėje temperatūroje netikėtai parodė nekontroliuojamo pakartotino sustiklėjimo proceso galimybę, dalelių cheminio aktyvumo sumažėjimą, juo lengviau apčiuopiamą, kuo aukštesni yra ir dalelių kaitinimo temperatūra, ir įkaitintų dalelių ataušinimo greitis. Ir pagaliau, sustiklėjusių dalelių kaitinimo greitis prieš jas veikiant dujiniu oksidatoriumi, tokiu kaip oras, pasirodė faktiškai neefektyvus nei apdorojimo procesui, nei jo rezultatui. Todėl pagalbinių priemonių naudojimas nepamatuotai padidintų galinio produkto kainą.

Išradimo aprašymas

Techninė šio siūlomo išradimo problema yra pateikti mineralinį plokštelinį užpildą kompozitams, kuriame gamybos procesų sąlygų patobulinimo būdu dėl termocheminio apdorojimo sustiklėjusių dalelių ir paskesnio jų ataušinimo, kristališkumas ir cheminis aktyvumas būtų žymiai geriau subalansuoti, kuris, palyginus su ankstesniais užpildais, būtų komerciškai prieinamesnis ir, naudojamas

galinčiuose polimerizuotis kompozituose, užtikrintų apsauginių ir dekoratyvinių ar trinčiai atsparių dangų didesnę ilgaamžiškumą.

Tokiu būdu, išradimą sudaro mineralinis plokštelinis užpildas kompozitams, gaunamas išlydant pradinį mineralą, formuojant kietas stiklo plokštelių daleles iš lydalo ir apdorojant šias daleles termochemiškai oksiduojančioje atmosferoje, kol išvystoma kristalinė fazė. Siūlomame išradime termocheminio apdorojimo stadijoje plokštelinės dalelės buvo apdorojamos temperatūros intervale $680^{\circ} - 850^{\circ} \text{C}$, kol išvystoma mažiausiai 12% (svorio) kristalinės fazės ir mažiausiai $7 \times 10^{19} \text{ spin/cm}^3$ reaktyvių PMC ir po to aušinamos oru.

Taip pagamintas užpildas pasižymi mechaniniu stiprumu dėl pakankamo kristalizacijos laipsnio ir dėl kristališkumo sutapimo su cheminiu aktyvumu, gali būti naudojamas kaip labai efektyvi priemonė pagerinti apsauginių, apdailinių ir trinčiai atsparių dangų, visų pirma, storį (daugiau už 1 ir, paprastai, daugiau už 3 mm), naudojant tokius rišiklius, kurie pasigamina polimerizuojant mono- ir/arba oligomerus.

Pažymėtina, kad gamybos kaštai buvo sumažinti dėl investicijų į šildymą, aušinimą ir kontrolės įrenginius sumažinimo, taip pat dėl energijos išlaidų termocheminiam apdorojimui ir aušklio paruošimui ir tiekimo maitinimui sumažinimo. Todėl galutinis produktas yra komerciškai prieinamesnis.

Siūlomas mineralinis plokštelinis užpildas dar charakterizuojamas tuo, kad mažiausiai 30% visų dalelių, turi skersmens vidurkį apie $100 \mu\text{m}$ ir mažiausiai $14 \times 10^{19} \text{ spin/cm}^3$ PMC, tuo užtikrinant šio užpildo tinkamumą naudoti su galinčiais polimerizuotis kompozitais.

Geriausias išradimo realizavimo variantas.

Išradimas toliau paaiškinamas, pateikiant bendrą aprašymą ir specifinius eksperimentų duomenis dėl mineralinio plokštelinio užpildo galintiems polimerizuotis kompozitams gamybos būdo, įskaitant fizinių ir cheminių savybių gautus dydžius, užpildo panaudojimo polimeriniuose kompozituose pavyzdžius ir palyginamųjų bandymų rezultatus, pritaikant tokias apsaugines dangas.

Išradime siūlomo mineralinio plokštelinio užpildo gamybos būdas susideda iš tokių stadijų:

1) kietų sunkių sustiklėjusių dalelių (paprastai plokštelių) gavimas:

- suskaldant pasirinktą mineralą iki dydžių, tinkamų paduoti į lydymo krosnį,
- kaitinant turinį, kol gerai išsilydys, bazaltą iki 1400°-1500° C ir kopų smėlį iki apie 1500°C temperatūros,

- (paskirstant) susmulkinant lydalo srovę, tekančią per karštą štampą, sustiklėjusių dalelių sudarymui dezintegratoriumi arba oro srove;

2) sustiklėjusių dalelių po (1) stadijos termocheminis apdorojimas oksiduojančioje atmosferoje (geriausiai ore) 680°- 850° C (geriausiai 680°-780° C) temperatūroje, kol išsivysto nepilna kristalizacija, t. y. mažiausiai 12% svorio kristalinės fazės ir susidaro mažiausiai 7×10^{19} spin/cm³ reaktyvių PMC, po to aušinant oru;

ir, nebūtinai:

3) mechaninis dalelių apdorojimas, pavyzdžiui paskirstant ir atskiriant pagal dydį, kol mineralinis plokštelinis užpildas pasieks mažiausiai 30% dalelių nuo viso dalelių kiekio, turinčių vidutinį dydį apie 100 μm skersmens, ir susidarys mažiausiai 14×10^{19} spin/cm³ reaktyvių PMC.

Kietų sustiklėjusių dalelių gamybai buvo naudojamas bazaltas, turintis apie 10% FeO, iš Kostopolio telkinių (Ukraina). Suskaldyti akmenys 5-40 mm dydžio buvo išlydyti specialioje krosnyje, panašioje į kvarco stiklo krosnį, kurioje karštis palaikomas dujiniais degikliais. Lydalas buvo įkaitintas iki 1400°-1450°C temperatūros ir ekstruzijos būdu išspaustas per karštą šilumai atsparaus plieno štampą 8-10 mm diametro srove. Lydalo srovė buvo smulkiai paskirstyta aušinančioje oro srovėje dezintegratoriumi, įkaitintu iki apie 1300°C.

Gautos plokštelės buvo pilkos spalvos apie 3 μm storio ir nuo 25 μm iki daugiausiai 3 mm skersmens. Plokštelės buvo atsargiai (vengiant sulaužyti ir suspausti) išlietos į karščiui atsparaus plieno padėklus laisvais sluoksniais nuo 80 iki 100 mm storio. Padėklai buvo patalpinti į mufelinę krosnį ir apdoroti

termochemiškai ore paeiliui 90, 60, 30, 20 ir 15 minutes 660°, 680°, 750°, 850° ir 875°C temperatūrose, atitinkamai, ir tada ištraukti iš krosnies ir ataušinti ore iki kambario temperatūros.

Plokštelių pavyzdžiai, apdoroti minėtose temperatūrose, buvo analizuojami dėl kristališkumo ir PMC įprastais būdais.

Kristališkumas X buvo nustatinėjamas pagal formulę:

$$X = \frac{d_{tp} - d_{vp}}{d_{cp} - d_{vb}} \cdot 100\% \quad , \text{ kurioje:}$$

d_{tp} –dalelių tankis po apdorojimo,

d_{vp} –sustiklėjusių dalelių tankis,

d_{cp} –kristalinės fazės tankis,

d_{vb} – tankis stiklo pavidalo masės iš dalelių,

įstatant ksilene nustatytas tankių reikšmes į formulę (Ращин Г. А., Полковой Н. А..Определение некоторых физико-технических свойств каменного литья. Стекло и керамика. 1963, Nr 10. p. 11-14).

PMC buvo suskaičiuoti iš elektroninio paramagnetinio rezonanso spektro mineraliniame užpilde ir difenilpikrilhidrazine, pastarąjį imant etalonine medžiaga. (Электронный парамагнитный резонанс. Краткая химическая энциклопедия. т. 5. М: Изд-во «Советская энциклопедия». p. 961-968.) Elektroninio paramagnetinio rezonanso spektrai buvo gaunami modelio E/x-2547, RADIOPAN (Lenkija) radio-spektrometru.

Tyrimų rezultatai susumuoti lentelėje 1.

Lentelė 1

Kristališkumo ir PMC skaičiaus priklausomybė nuo apdorojimo temperatūros

Rodikliai ^x	Apdorojimo temperatūra, °C				
	660	680	750	850	875
Kristališkumas, svorio %	5,8	14,8	35,2	52,3	49,8
PMC, 10 ¹⁹ spin/cm ³	5,8	16	18	19	17

x – pastaba: atitinkami rodikliai sudaro 0,0% ir mažiau už $2,0 \times 10^{19}$ spin/cm³ sustiklėjusioms dalelėms prieš termocheminį apdorojimą ir 51,5% ir apie $6,0 \times 10^{19}$ spin/cm³ techninio lygio žinomoms dalelėms po termocheminio apdorojimo prie 900°C, kada iš esmės visas FeO pasikeičia Fe₂O₃.

Kaip matome iš lentelės 1, sustiklėjusių dalelių termocheminis apdorojimas prie temperatūros, žemesnės, negu 680°C, nenaudingas, kadangi toliau ir kristališkumas ir PMC vis auga ir žymiai; nei jis naudingas prie temperatūros virš 850°C, kadangi kristališkumas, ir PMC pradeda, nors neženkiai, duoti priešingą efektą.

Po termocheminio apdorojimo mineralinis plokštelinis užpildas buvo susmulkintas ir suskirstytas pagal dalelių dydį, tuo būdu padidinant užpildo reaktyvumą. Bandymai buvo atlikti su dalelėmis, apdorotomis 750°C temperatūroje. Buvo paruošti pavyzdžiai, turintys įvairiomis proporcijomis daleles vidutinio dydžio iki 100 μm skersmens ir nustatytas PMC skaičius. Eksperimentų rezultatai pateikti lentelėje 2.

Lentelė 2

PMC priklausomybė nuo vidutinio dalelių dydžio pavyzdžiuose

	Dalelės su vidutiniu skersmens dydžiu, < už 100 μm , %					
	5,0	10,0	20,0	30,0	40,0	80,0
PMC, 10^{19} spin/cm ³	90	210	280	370	560	630

Išradime siūlomo mineralinio plokštelinio užpildo efektyvumo įvertinimui polimerinių kompozitų fizikomechaninėms savybėms nustatyti buvo paruošti standartiniai pavyzdžiai. Jie buvo naudojami adhezijos jėgos (matuojamos kaip jėga, reikalinga, atitraukti plieno grybo pavidalo gabalą nuo dangos, uždėtos ant atramos, taip pat padarytos iš plieno), atsparumo gniuždymui, atsparumo tempimui, elastingumo modulio lenkimui ir atsparumo smūgiams į ploto vienetą nustatymui. Buvo paruošti žinomų užpildų panašūs pavyzdžiai, naudojami lygiagrečiuose bandymuose (metodai ir priemonės tokiems bandymams atlikti gerai žinomi specialistams).

Aukščiau aprašytuose bandymuose išradimo užpildas (toliau IF) buvo toks, kaip paruoštas termocheminiu apdorojimu prie 680°C prieš susmulkinant ir atskiriant ir todėl turintis mažiausius kristalizacijos ir PMC dydžius, lyginant su anksčiau žinomais (toliau PF), kurie buvo paruošti prie 900°C ir turėjo kristalizacijos ir PMC dydžius, artimus maksimumui. Sąlyginai paprastas akrilinių monomerų mišinys, turintis polimerinių priedų ir polimerizacijos iniciatorių, kurie yra išvardinti kairiajame lentelės 3 stulpelyje, buvo naudojamas kaip rišiklis eksperimentiniams, galintiems šaltai polimerizuotis, kompozitams.

Lentelė 3

Eksperimentinio polimerinio kompozito sudėtis

Ingredientai	Taikomas standartas ar specifikacija	Svorio dalys
Metilmetakrilatas	GOST 20370-74	100
Polibutylmetakrilatas	TU 6-01-358-75	20
Polivinilchloridas	OST 6-01-37-88	20
Poliizocianatas	TU 113-03-29-6-84	15
Benzoilo peroksidas ^{xx}	GOST 2168-83	10 ^{xx}
Dimetilanilinas	GOST 14888-78	3
Išradimo užpildas IF		10
Arba prototipo užpildas PF		10

xx - pastaba: benzoilo peroksidas buvo naudojamas pastos formoje mišinyje su dimetil-ftalatu apytiksliai santykiu pagal svorį 1 : 1.

Lentelė 4

Pavyzdžių palyginimas

Savybės	Išradimo Užpildas	Prototipo užpildas
Adhezijos jėga, MPa	42	27
Atsparumas gniuždymui, MPa	92,0	72,0
Atsparumas tempimui, MPa	14,0	9,2
Elastingumo modulis lenkimui, MPa	36,4	28,5
Atsparumas smūgiams, kJ/m ²	17,3	14,2

Ingredientai buvo paskirstyti, metilmetakrilatas, polibutylmetakrilatas ir polivinilchloridas buvo iš anksto sumaišyti, tada buvo įvestas vienas iš užpildų, maišant mišinį, pridėta (vėl maišant) poliizocianatas ir dimetilanilinas ir paskiausiai

buvo įvestas benzoilo peroksidas. Po kruopštaus maišymo kompozicijos buvo suformuotos įprastu būdu į tiek pavyzdėlių, kiek reikalinga gauti kompozito fizikomechaninių savybių duomenų, vidutinė kvadratinė (santykinė) paklaida $\pm 5\%$.

Duomenys suvesti lentelėje 4.

Kaip matosi iš lentelės 4, mineralinis plokštelinis užpildas pagal siūlomą išradimą yra efektyvesnis, palyginus su žinomu užpildu.

Pramoninis pritaikomumas

Siūlomas mineralinio plokštelinio užpildo pritaikomumas, palyginus su ankstesniais, pasižymi plataus masto gamybos galimybe ir plačia pritaikymo sritimi.

Išradimo apibrėžtis

1. Kompozitų mineralinis plokštelinis užpildas, gaunamas išlydant pradinį mineralą, suformuojant kietas plokštelines sustiklėjusias daleles iš lydalo ir apdorojant tas daleles termochemiškai oksiduojančioje atmosferoje, kol išsivysto kristalinė fazė, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad termocheminio apdorojimo stadijoje plokštelinės dalelės buvo apdorojamos 680°-850°C temperatūros intervale, kol susidarė mažiausiai 12% svorio kristalinės fazės ir mažiausiai 7×10^{19} spin/cm³ reaktyvių paramagnetinių centrų, po apdorojimo aušinant oru.
2. Kompozitų mineralinis plokštelinis užpildas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jame mažiausiai 30% visų dalelių turi skersmens vidutinį dydį apie 100 μm ir mažiausiai 14×10^{19} spin/cm³ paramagnetinių centrų.