ISSN 2075-8545 (online)
ASI • CA(pt) • CrossRef • CNKI • DOAJ • EBSCO Publishing • ESCI Web of Science • EZB • eLIBRARY.RU • Google Scholar • HEAL Link
ICI Journals Master List • OAJI • ProQuest • Readera • ResearchBib • ResearchGate • Scopus • Ulrich's Periodicals Directory

NANOTECHNOLOGIES IN CONSTRUCTION A Scientific Internet-Journal 2024 • Tom 16 • No. 4
NANOTEKHNOLOGII V STROITEL'STVE

НАНОТЕХНОЛОГИИ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ научный Интернет-журнал 2024 • Том 16 • № 4

IN THE ISSUE:

В НОМЕРЕ:

- Nanostructural changes in the components of chrysotile-cement dust under the influence of different levels of acidity and exposure time
- Structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system
- The effect of fiber activation on the surface properties of a photocatalytic composite material based on it
- Rheological behavior of mixtures used in 3D-printing: experimental evaluation of the effectiveness of criteria requirements for filler

- Наноструктурные изменения составляющих хризотилцементной пыли под воздействием разной величины кислотности среды и времени экспозиции
- Структурообразование в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил»
- Влияние активации фибры на свойства поверхности фотокаталитического композиционного материала на ее основе
- Реологическое поведение смесей для строительной 3d-печати: экспериментальная оценка эффективности критериальных требований к наполнителям

www.nanobuild.ru **e-mail: info@nanobuild.ru**

ISSUED WITH SUPPORT OF

RUSSIAN ACADEMY OF ENGINEERING
INTERNATIONAL ACADEMY OF ENGINEERING
WUHAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY (CHINA)
BEIJING INSTITUTE OF INTELLECTUAL PROPERTY (CHINA)

ISSN 2075-8545 (online)

NANOTECHNOLOGIES IN CONSTRUCTION
NANOTEKHNOLOGII V STROITEL'STVE
НАНОТЕХНОЛОГИИ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ: НАУЧНЫЙ ИНТЕРНЕТ-ЖУРНАЛ

«Nanotechnologies in Construction» is a peer-reviewed journal.
The main aim of the Journal is to provide information support for the process of invention and practical application of science intensive technologies (mostly nanotechnological products) in construction, communal and housing services, joint areas (industry, power et al.).

The main tasks:
- Providing scientists and specialists from different countries with the opportunity to publish the results of their research and receive information about modern technologies and materials, high-performance equipment in construction, communal and housing services, joint areas (industry, power et al.).
- To provide information support and participate in the events (forums, conferences, symposia, workshops, exhibitions,round tables etc) devoted to nanoindustry and problems of application of nanoindustry in construction and housing and communal services, which are perspective and of great importance.

The Journal has been published since 2009. Frequency: bimonthly.

These are the topics of the papers published in the journal: creation of new functional materials; nanostructured systems strength and penetrability formation theory development; the problems of nanomaterials and nanotechnologies implementation in construction and building materials; diagnostics of building systems nanostructures and nanomaterials; technologies aimed at studying nanomaterial properties; technological principles of nanostructures creation (liquid melts, sol and gel synthesis). The topics may be different, directly or indirectly related to the areas mentioned above.

The journal can also publish: original papers; reviews; discussing materials, comments, other information materials.

The language of publication: English; Russian.

The edition's readers and authors are:
- students, lecturers, post-graduates and people working for doctor's degree;
- scientists and specialists of research institutes and nanotechnological centers;
- heads and specialists of the institutions, organizations and factories from the sphere of construction and housing and communal services;
- scientists and specialists of the industries which are adjacent to construction;
- experts of the enterprise-producers manufacturing nanoindustrial output.

EDITORS

CHIEF EDITOR – Boris V. GUSEV, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of Department «Construction Materials and Technologies» Russian University of transport, President of the Russian Academy of Engineering and the International Academy of Engineering, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Laureate of the USSR and the Russian Federation State Prizes, Laureate of 5 Governmental Prizes of the Russian Federation in the field of science and education, Honored Scientist of Russian Federation, Moscow, Russian Federation
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru, info-rae@mail.ru

EXECUTIVE EDITORIAL SECRETARY – Vladimir I. VEDENYAPIN, Moscow, Russian Federation
Contacts: e-mail: pr@nanobuild.ru, info@nanobuild.ru

DEPUTY CHIEF EDITOR – Leonid A. IVANOV, Cand. Sci. (Eng.), Russian Academy of Engineering, International Academy of Engineering, Center for New Technologies «NanoStroitelstvo», Moscow, Russian Federation
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru, l.a.ivanov@mail.ru

EXECUTIVE EDITOR – Yulia A. EVSTIGNEEVA, Member of Russian Association of Journalists, Moscow, Russian Federation
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru, evstigneeva.ju@yandex.ru

HEAD OF DESIGN DEPARTMENT – Andrey S. REZNICHENKO, Businessman, Moscow, Russian Federation
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru, ras77222@yandex.ru

CHIEF FOR FOREIGN RELATIONS – Zhanna V. PISARENKO, Dr. Sci. (Econ.), Professor, Saint-Petersburg State University, Economic Faculty, Department of Risk Management and Insurance, Saint-Petersburg, Russian Federation
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru, z.pisarenko@spbu.ru

EDITORIAL BOARD

Peter J.M. BARTOS, Prof., Queen's University of Belfast, RILEM Technical Committee TC 197-NCM on Nanotechnology in Construction Materials (2002–2009), Scottish Centre for Nanotechnology in Construction Materials (University of West Scotland), Belfast, UK

Vyacheslav R. FALIKMAN, Dr. (Mater.), Scientific Research Center «Construction», Structural Concrete Association, International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures (RILEM), Technical Committee of American Concrete Institute ACI 241 «Nanotechnologies of Concrete», Moscow, Russian Federation

Wenlong BAI, Ph.D., Beijing Institute of Intellectual Property, Beijing, China

Oleg L. FIGOVSKY, Dr. Sci. (Eng.), Israel Polymate research center, Nanotech Industries, Inc., Daly City, California, USA; Migdal HaEmek, Israel

Zhengyi FU, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Wuhan University of Technology, State Key Lab of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing, Wuhan, China

Leonid A. IVANOV, Cand. Sci. (Eng.), Russian Academy of Engineering, International Academy of Engineering, Center for New Technologies «NanoStroitelstvo», Moscow, Russian Federation

Sergei V. KALIUZHNIY, Dr. Sci. (Chem.), Prof., RUSNANO, Moscow, Russian Federation

Vadim G. KHOZIN, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Kazan State University of Architecture and Engineering, Department «Technology of Construction Materials, Products and Structures», Kazan, Russian Federation

Evgeniy V. KOROLEV, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Saint Petersburg State University of Architecture and Civil Engineering, Vice Rector for Research, Saint Petersburg, Russian Federation

Leonid M. LYNKOV, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Belarussian State University ofInformatics and Radioelectronics, Department «Information Security», Minsk, Belarus

Polad MALKIN, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Ben-Gurion University in the Negev, StartUpLab, Beer-Sheva, Israel

Viktor S. MECHTCHERINE, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Technical University of Dresden, Institute of Construction Materials, Dresden, Germany

Surendra P. SHAH, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Northwestern University, Evanston, Illinois, USA

Vladimir Y. SHEVCHENKO, Dr. Sci. (Chem.), Professor, Institute of Silicate Chemistry named after I.V. Grebenshchikov of Russian Academy of Sciences, Coordinating Council on Development of Nanotechnologies attached to the Committee of the Council of the Federation of the Federal Assembly of the RF on Science, Culture, Education, Medicine and Ecology, Saint-Petersburg, Russian Federation

Pawel SIKORA, Ph.D., Asssociate Professor, West Pomeranian University of Technology in Szczecin, Faculty of Civil and Environmental Engineering, Department of General Civil Engineering, Szczecin, Poland

Konstantin G. SOBOLEV, Prof., University of Wisconsin-Milwaukee, Technical Committee of American Concrete Institute ACI 241 «Nanotechnologies of Concrete», Milwaukee, Wisconsin, USA

Valeriy I. TELICHENKO, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Moscow State University of Civil Engineering (National Research University), Moscow, Russian Federation

Larisa A. URKHANOVA, Dr. Sci. (Eng.), Prof., East-Siberian State University of Technologies and Management, Department «Production of Building Materials and Wares», Ulan-Ude, Russian Federation

Rongming WANG, Ph.D., Prof., Beijing Advanced Innovation Center for Materials Genome Engineering, School of Mathematics and Physics University of Science and Technology Beijing, Beijing Key Laboratory for Magneto-Photoelectrical Composite and Interface Science, Beijing, China

Li D. XU, Ph.D., Prof., Old Dominion University, of Information Technologies & Decision Sciences Department; Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE), Norfolk, Virginia, USA

The Journal is registered as an independent mass media in the Ministry of Communication and Mass Media of the Russian Federation. (Registration Certificate Эл № ФС77 – 35813 of 31 March 2009 issued by the Federal Service on Supervision in the Sphere of Connection and Mass Communications).

Founder and Publisher – Center for New Technologies «Nanostroitel'stvo», Korolev, Moscow region, Russian Federation
Contacts: e-mail: l.a.ivanov@mail.ru

Address of edition: Russian Federation, 125009, Moscow, Gazetny per., bld. 9, str. 4
Contacts: e-mail: info@nanobuild.ru

Website: http://nanobuild.ru/

Release date of № 4 (Vol. 16) is 30.08.2024

ISSUED WITH SUPPORT OF

RUSSIAN ACADEMY OF ENGINEERING

INTERNATIONAL ACADEMY OF ENGINEERING

WUHAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY (CHINA)

BEIJING INSTITUTE OF INTELLECTUAL PROPERTY (CHINA)

NANOTECHNOLOGIES IN CONSTRUCTION: A Scientific Internet-Journal 2024 • Vol. 16 • No. 4
NANOTEKHNOLOGII V STROITEL'STVE

CONTENTS

PUBLISHER INFORMATION 298

CONSTRUCTION MATERIALS SCIENCE

Sarkisov Yu.S., Gorlenko N.P., Samchenko S.V., Bruyako M.G.
Use of pulp and paper industry waste in binding and cementitious materials technology 301

Slavcheva G.S., Solonina V.A., Razov I.O., Filipenko P.V., Orlov V.S.
Rheological behavior of mixtures used in 3D-printing: experimental evaluation of the effectiveness of criteria requirements for filler 310

Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S.
Structural and heat-insulating foam concrete for individual monolithic housing construction 320

THE STUDY OF THE PROPERTIES OF NANOMATERIALS

Strokova V.V., Nerovnaya S.V., Ogurtsova Y.N., Gubareva E.N.
The effect of fiber activation on the surface properties of a photocatalytic composite material based on it 329

MANUFACTURING TECHNOLOGY FOR BUILDING MATERIALS AND PRODUCTS

Jumadilova S.Zh., Khomyakov V.A., Kenebayeva A.K., Moldamuratov Zh.N.
The use of geosynthetic materials to increase the bearing capacity of soil cushions 342

INTERNATIONAL SCIENTIFIC AND TECHNICAL COOPERATION

Wuhan University of Technology 355

THE RESULTS OF THE SPECIALISTS' AND SCIENTISTS' RESEARCHES

Klyuev S.V., Naumova L.N., Nedoseko I.V., Klyuev A.V., Shorstova E.S.
Nanostructural changes in the components of chrysotile-cement dust under the influence of different levels of acidity and exposure time 361

Sokolova Yu.V., Frolova M.A., Ayzenshtadt A.M., Korolev E.V.
Structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system 375

PUBLISHING ETHICS 383

AUTHOR GUIDELINES 387

НАНОТЕХНОЛОГИИ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ: НАУЧНЫЙ ИНТЕРНЕТ-ЖУРНАЛ
NANOTECHNOLOGIES IN CONSTRUCTION
NANOTEKHNOLOGII V STROITEL'STVE

ISSN 2075-8545 (online)

«Нанотехнологии в строительстве» – рецензируемый научный журнал.
Основной целью журнала является информационное обеспечение процесса создания и внедрения в мире наукоемких технологий (прежде всего – нанотехнологической продукции) в области строительства, жилищно-коммунального хозяйства, смежных отраслей (промышленности, энергетики и др.).

Основные задачи:
- Предоставление ученым и специалистам из разных стран возможности публиковать результаты своих исследований и получать информацию о современных технологиях и материалах, высокоэффективном оборудовании в области строительства, жилищно-коммунального хозяйства, смежных отраслей (промышленности, энергетики и др.).
- Информационная поддержка и участие в мероприятиях (форумах, конференциях, симпозиумах, семинарах, выставках, круглых столах и т.д.) по наноиндустрии и прикладным вопросам нанотехнологий в области строительства и жилищно-коммунального хозяйства, имеющих актуальное и перспективное практическое значение.

Журнал издается с 2009 года. Периодичность – 6 номеров в год.

В журнале публикуются работы по следующим темам: создание новых функциональных материалов; разработка теории формирования прочности и непроницаемости наноструктурированных систем; проблемы применения наноматериалов и нанотехнологий в строительстве и строительных материалах; диагностика наноструктур и наноматериалов строительных систем; технологии исследования свойств наноматериалов; технологические принципы создания наноструктур (расплавы, золь-гелевый синтез и др.). Тематика статей может быть иной, прямо или косвенно связанной с перечисленными направлениями.

Журнал принимает к публикации: оригинальные статьи, обзоры, дискуссионные материалы, комментарии, другие информационные материалы.

Язык издания: русский; английский.

Авторами и читателями издания являются:
- студенты, преподаватели, аспиранты и докторанты вузов;
- ученые и специалисты научно-исследовательских институтов и нанотехнологических центров;
- руководители и специалисты учреждений, организаций и предприятий строительного комплекса и жилищно-коммунального хозяйства;
- ученые и специалисты смежных со строительством отраслей;
- эксперты фирм-производителей продукции наноиндустрии.

РЕДАКЦИЯ

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР – ГУСЕВ Борис Владимирович, д-р техн. наук, профессор, заведующий кафедрой «Строительные материалы и технологии» Российского университета транспорта, президент Российской инженерной академии и Международной инженерной академии, член-корреспондент РАН, лауреат Государственных премий СССР и РФ, 5-ти премий Правительства РФ в области науки и образования, заслуженный деятель науки РФ, г. Москва, Российская Федерация
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru, info-rae@mail.ru

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ РЕДАКЦИИ – ВЕДЕНЯПИН Владимир Иванович, г. Москва, Российская Федерация
Контакты: e-mail: pr@nanobuild.ru, info@nanobuild.ru

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА – ИВАНОВ Леонид Алексеевич, канд. техн. наук, Российская инженерная академия, Международная инженерная академия, Центр новых технологий «НаноСтроительство», г. Москва, Российская Федерация
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru, l.a.ivanov@mail.ru

ШЕФ-РЕДАКТОР – ЕВСТИГНЕЕВА Юлия Анатольевна, член Союза журналистов России, г. Москва, Российская Федерация
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru, evstigneeva.ju@yandex.ru

НАЧАЛЬНИК ОТДЕЛА ДИЗАЙНА И ВЕРСТКИ – РЕЗНИЧЕНКО Андрей Сергеевич, индивидуальный предприниматель, г. Москва, Российская Федерация
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru, ras77222@yandex.ru

РУКОВОДИТЕЛЬ ГРУППЫ ПО ВНЕШНИМ СВЯЗЯМ – ПИСАРЕНКО Жанна Викторовна, д-р экон. наук, профессор кафедры управления рисками и страхования экономического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru, z.pisarenko@spbu.ru

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Питер Дж. М. БАРТОШ, профессор, Королевский Университет Белфаста, Технический комитет по нанотехнологиям в строительных материалах РИЛЕМ (2002–2009 гг.), Шотландский центр по нанотехнологиям в строительных материалах (Университет Западной Шотландии), г. Белфаст, Великобритания

ФАЛИКМАН Вячеслав Рувимович, д-р материаловедения, Научно-исследовательский центр «Строительство», ассоциация «Железобетон», Международный союз экспертов и лабораторий по испытанию строительных материалов, систем и конструкций (РИЛЕМ), технический комитет Американского института бетона ACI 241 «Нанотехнологии в бетоне», г. Москва, Российская Федерация

БАЙ Вэньлун, д-р философии, Пекинский институт интеллектуальной собственности, г. Пекин, Китай

ФИГОВСКИЙ Олег Львович, д-р техн. наук, Израильский исследовательский центр Polymate, Nanotech Industries, Inc., г. Дейли-Сити, Калифорния, США; г. Мигдаль-ха-Эмек, Израиль

Фу ДЖЕНЬИ, д-р техн. наук, профессор, Уханьский технологический университет, Государственная главная лаборатория передовых технологий для синтеза и обработки материалов, г. Ухань, Китай

ИВАНОВ Леонид Алексеевич, канд. техн. наук, Российская инженерная академия, Международная инженерная академия, Центр новых технологий «НаноСтроительство», г. Москва, Российская Федерация

КАЛЮЖНЫЙ Сергей Владимирович, д-р хим. наук, профессор, ОАО «РОСНАНО», г. Москва, Российская Федерация

ХОЗИН Вадим Григорьевич, д-р техн. наук, профессор, Казанский государственный архитектурно-строительный университет, кафедра «Технологии строительных материалов, изделий и конструкций», г. Казань, Российская Федерация

КОРОЛЁВ Евгений Валерьевич, д-р техн. наук, Санкт-Петербургский государственный архитектурно-строительный университет, проректор по научной работе, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

ЛЫНЬКОВ Леонид Михайлович, д-р техн. наук, профессор, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, кафедра «Защита информации», г. Минск, Беларусь

МАЛКИН Полад, д-р ф.-м. наук, Университет Бен-Гуриона в Негеве, StartUpLab, г. Беэр-Шева, Израиль

МЕЩЕРИН Виктор Сергеевич, д-р техн. наук, профессор, Технический университет Дрездена, Институт строительных материалов, г. Дрезден, Германия

СУРЕНДРА П. Шах, д-р техн. наук, профессор, Северо-Западный Университет, г. Эванстон, Иллинойс, США

ШЕВЧЕНКО Владимир Ярославович, д-р хим. наук, профессор, Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН, Координационный совет по развитию нанотехнологий при Комитете Совета Федерации ФС РФ по науке, культуре, образованию, здравоохранению и экологии, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

СИКОРА Павел, доктор наук, Западно-Поморский технологический университет, факультет гражданского и экологического строительства, факультет общего гражданского строительства, г. Щецин, Польша

СОБОЛЕВ Константин Геннадиевич, профессор, Университет Висконсин-Милуоки, технический комитет Американского института бетона ACI 241 «Нанотехнологии в бетоне», г. Милуоки, Висконсин, США

ТЕЛИЧЕНКО Валерий Иванович, д-р техн. наук, профессор, Московский государственный строительный университет (Национальный исследовательский университет), г. Москва, Российская Федерация

УРХАНОВА Лариса Алексеевна, д-р техн. наук, профессор, Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления, кафедра «Производство строительных материалов и изделий», г. Улан-Удэ, Российская Федерация

ВАН Жунмин, д-р философии, профессор, Пекинский Центр передовых инноваций в области геномной инженерии материалов, Школа математики и физики Пекинского университета науки и технологий, Пекинская ключевая лаборатория магнито-фотоэлектрических композитов и интерфейсов, г. Пекин, Китай

СЮЙ ЛИ ДА, д-р философии, профессор, Университет Олд Доминион, Отдел информационных технологий; Институт инженеров по электротехнике и электронике (IEEE), г. Норфолк, Вирджиния, США

Журнал зарегистрирован как самостоятельное средство массовой информации в Федеральной службе по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций Министерства связи и массовых коммуникаций Российской Федерации (свидетельство о регистрации средства массовой информации Эл № ФС77 – 35813 от 31 марта 2009 г.).

Учредитель и издатель – ООО «Центр Новых Технологий «Наностроительство», г. Королев, Московская область, Российская Федерация
Контакты: e-mail: l.a.ivanov@mail.ru

Адрес редакции: Российская Федерация, 125009, г. Москва, Газетный пер., дом 9, стр. 4
Контакты: e-mail: info@nanobuild.ru; **Сайт:** http://nanobuild.ru/

Дата выхода в свет № 4, Том 16, 2024: 30.08.2024 г.

ИЗДАЕТСЯ ПРИ ПОДДЕРЖКЕ

РОССИЙСКОЙ ИНЖЕНЕРНОЙ АКАДЕМИИ

МЕЖДУНАРОДНОЙ ИНЖЕНЕРНОЙ АКАДЕМИИ

УХАНЬСКОГО УНИВЕРСИТЕТА ТЕХНОЛОГИЙ (КИТАЙ)

ПЕКИНСКОГО ИНСТИТУТА ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ (КИТАЙ)

НАНОТЕХНОЛОГИИ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ: научный Интернет-журнал 2024 • Том 16 • № 4

СОДЕРЖАНИЕ

ИЗДАТЕЛЬСКИЕ СВЕДЕНИЯ 298

СТРОИТЕЛЬНОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Саркисов Ю.С., Горленко Н.П., Самченко С.В., Бруяко М.Г.
Использование отходов целлюлозно-бумажной промышленности в технологии вяжущих и цементных систем 301

Славчева Г.С., Солонина В.А., Разов И.О., Филипенко П.В., Орлов В.С.
Реологическое поведение смесей для строительной 3d-печати: экспериментальная оценка эффективности критериальных требований к наполнителям 310

Стешенко А.Б., Кудяков А.И., Иноземцев А.С., Иноземцев С.С.
Конструкционно-теплоизоляционный пенобетон для индивидуального монолитного жилищного строительства 320

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Строкова В.В., Неровная С.В., Огурцова Ю.Н., Губарева Е.Н.
Влияние активации фибры на свойства поверхности фотокаталитического композиционного материала на ее основе 329

ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

Джумадилова С.Ж., Хомяков В.А., Кенебаева А.К., Молдамуратов Ж.Н.
Применение геосинтетических материалов для повышения несущей способности грунтовых подушек 342

МЕЖДУНАРОДНОЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО

Уханьский технологический университет 355

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ УЧЕНЫХ И СПЕЦИАЛИСТОВ

Клюев С.В., Наумова Л.Н., Недосеко И.В., Клюев А.В., Шорстова Е.С.
Наноструктурные изменения составляющих хризотилцементной пыли под воздействием разной величины кислотности среды и времени экспозиции 361

Соколова Ю.В., Фролова М.А., Айзенштадт А.М., Королев Е.В.
Структурообразование в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил» 375

ПУБЛИКАЦИОННАЯ ЭТИКА 383

ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ 387

CONSTRUCTION MATERIALS SCIENCE

Original article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-301-309

CC BY 4.0

Use of pulp and paper industry waste in binding and cementitious materials technology

Yury S. Sarkisov[1]*, Nikolai P. Gorlenko[1], Svetlana V. Samchenko[2], Mikhail G. Bruyako[2]

[1] Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia
[2] The National Research Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russia

* Corresponding author: e-mail: sarkisov@tsuab.ru

ABSTRACT

Introduction. Utilization of chemical cellulose fillers in construction industry is one of the ways of processing unused wastes from pulp and paper industry. Decorative, finishing, and heat insulation materials are widely used as construction materials. This paper proposes various compositions and insulation materials characterized by compressive strength of not less than 10 MPa, water tightness of 0.8, and density of not over 600 kg/m3. The likely curing mechanism is studied for cement systems. The possible mechanism of hardening structures formation in the systems is discussed. **Methodology.** Corrugated fibreboard MS-5B waste is used as a filler, high-early strength cement M-500 (CEM 47.5) – as inorganic binder, and elemental sulfur, polyethylene terephthalate, cement-modified polyurethane (PU) with the addition of nanosized silicon oxide are used as a polymeric matrix. Infrared spectroscopy, terahertz time-domain spectroscopy (THz-TDS), and scanning electron microscopy are used for investigations. Cement samples undergo compressive strength, water tightness and water absorption testing. **Results and discussion.** Physical and mechanical properties obtained for composites with the paper filler and polymeric matrix based on cement-modified PU, are described, and testing results are compared with the experimental data obtained for materials based on other binders. It is found that the paper filler–cement-modified PU composition is consistent with the purposes of this research. The understanding is improved for the curing mechanism of the polymeric matrix–paper filler system. The THz-TDS data demonstrate a correlation between the spectral transmission and thermal conductivity and density of synthesized heat insulation materials. **Conclusion.** Synthesized is the effective heat insulation material with relatively high compressive strength, low density, and high tightness to water. Scientific understanding of the curing mechanism is improved.

KEYWORDS: construction materials, paper filler, cementitious materials, polymers, strength, water tightness, water absorption, IR spectroscopy, terahertz time-domain spectroscopy, hydrogen bond.

ACKNOWLEDGEMENTS: The research was funded by the National Research Moscow State University of Civil Engineering (2024 grant for fundamental and applied scientific research done by the members and strategic partners of the Industry consortium "Construction and architecture".

FOR CITATION:
Sarkisov Yu.S., Gorlenko N.P., Samchenko S.V., Bruyako M.G. Use of pulp and paper industry waste in binding and cementitious materials technology. *Nanotechnologies in Construction*. 2024; 16 (4): 301–309. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-301-309. – EDN: GCICKX.

INTRODUCTION

The pulp and paper industry in Russia generates about 8 million tones of waste, but just 4.1 million tones is recycled [1]. For comparison, the pulp and paper industry in China annually generates about half of world paper waste production for recycling. In China, the pulp and paper industry is profitable and yields high returns. In the European Union, the annual waste generation is 11 million tonnes, 70% of which falls on the paper recycling [2]. At present, our country lacks production facilities for utilization and recycling of already accumulated paper wastes. Most of them decay and contaminate the environment. In this regard, it is relevant to develop compositions and technologies for utilization of wastes from the pulp and paper industry to develop the production of building materials of different engineering purpose. In the first place, it concerns decorative, finishing, and heat insula-

© Sarkisov Yu.S., Gorlenko N.P., Samchenko S.V., Bruyako M.G., 2024

tion materials. Cellulose wool is the most known heat insulation material produced from wastes of the pulp and paper industry. It is especially popular in northern countries and humid climate. Cellulose wool contains 81% of recycled cellulose, 7% of sodium tetraborate, and 12% of natural antiseptics [3].

It should be noted that composites obtained from recycled paper are materials usually consisting of more than two components possessing different physical or chemical properties. One of the components is paper, which is the main bulk component. The second is a binder, which provides the final product with strength and stable properties. Modifying additives give functional properties to composites created. Although the binders and paper filler are of different nature, it is possible to achieve high performance characteristics of the created materials due to the introduction of modifying additives.

The main disadvantage of the cellulose filler is high water absorption and low tightness to water. This problem is solved, first of all, by using traditional hydrophobic compositions. Attempts are being made to extend a range of eco-friendly waterproofing agents. These are, for example, inorganic SiO_2 nanoparticle coatings deposited onto cellulose nanofiber [4]. Kunam *et al*. [5] propose a hydrophobic coating for packaging applications, based on natural rubber latex and butyl stearate. These compositions provide a significant reduction in water absorption from 128 to 0.8 g/m^2. At the same time, the surface energy of paper considerably decreases, which is proven by the high value of the contact angle. However, alternative effective hydrophobic compositions, inexpensive and easy to use, are still relevant.

Polymeric matrices are another important component of composites created. Most of them are waterproofing agents. Their main weakness is sensitivity to temperature changes and limited mechanical strength. Polyvinyl alcohol is a highly adhesive substance, followed by carboxymethyl cellulose, soya protein, casein, enzymic and oxidized starches. It is worth noting that inorganic binders, such as gypsum and lime, are inferior to polymeric ones due to the higher density provided by them for materials created. Much research done by Russian and foreign scientists, including preliminary experiments conducted by the authors, show that low density on the one hand and high strength and water tightness on the other, cannot be provided at a time even in porous cement systems. In this regard, glues and adhesives of various organic compositions are widely used as binders, e.g., melamine–urea–formaldehyde resin, vulcanized rubber, casein, urea formaldehyde resin, polyvinyl acetate, polyvinyl alcohol, etc. One of the relevant and complex problems of modern materials science in construction, is a search for and modification of the known compositions providing low values of density and thermal conductivity, high strength and water tightness of construction materials.

The aim of this work is to develop composition and technology of the heat insulation material possessing compressive strength of not less than 10 MPa, water tightness of 0.8, and density of not over 600 kg/m^3, and study the probable curing mechanism for the structure formation.

MATERIALS AND METHODS

Corrugated fibreboard MS-5B waste was used as a paper filler, cement M-500 (CEM 47.5) served as an inorganic binder, and elemental sulfur, polyethylene terephthalate PET [7], cement-modified polyurethane (PU) with the addition of nanosized silicon oxide were used as a polymeric matrix. In accord with the conventional technique, previously sorted waste paper underwent pulping in a paper pulper, in which it was comminuted in water with the formation of cellulose and other elements. Paper swelled, and cellulose laminated to fiber separation. The obtained suspension was then delivered to secondary production. Waste paper pulping in dry and wet states was performed in a rotor mill at a rotation rate of 3000 rpm for 2–4 min.

At the paper dispersion in water, the ratio between corrugated fibreboard and water was 1 to 10, which provided the best conditions for waste paper pulping. The paper filler was further added to the inorganic binder (cement, gypsum) and mixed to obtain a homogeneous mass and form $(2\times2\times2)\cdot10^{-3}$ m samples. After 7-day curing, the samples were subjected to compressive strength, water tightness and absorption testing. The cement paste porosity was obtained after the addition of the aluminum powder. With respect to strength and density of heat insulation materials non meeting the purposes of this work, the main attention was paid to polymeric matrices. Elemental sulfur was used as inorganic polymer, and PET and modified PU were used as an organic polymeric matrix. Reference samples were prepared at the specific molding pressure of 100 kg/cm^2. Compressive strength of reference samples was measured on a hydraulic press, water absorption, water tightness, and thermal conductivity were calculated in accordance with GOSTs [6, 8], [9] and [10], respectively. The strength-density ratio indicated the relation between the compressive strength and density of the material.

The investigation of the polymeric matrix/paper filler interaction was based on spectral measurements performed on an Agilent Cary 630 Fourier transform infrared (FTIR) spectrometer and a real-time terahertz time-domain spectrometer T-SPEC 1000 equipped with LT-GaAs photoconductive antenna detector. Key specifications for the T-SPEC 1000 included 5 GHz spectral resolution and 90 dB dynamic range at a 400 GHz frequency. These specifications allowed us to obtain temporal waveforms of terahertz pulses passed through the ~ 2 cm thick sample. A scanning electron microscope MIRA 3 LMU (Tescan,

Czech Republic) was used to investigate the fine structure of the samples.

Dry paper pulping resulted in the initial fibrous paper material, whereas its wet pulping provided the formation of aggregates after drying, that required additional paper pulping.

RESULTS AND DISCUSSION

Test results for the samples are presented in Table 1. One can see that the density, strength, and water tightness satisfying the purposes of this study, are achieved only for cement-modified and compressed cement-modified PU. The strength-density ratio values obtained for organic polymeric matrices exceed that for inorganic binders. Compressed cement-modified PU samples manifest the highest strength-density ratio.

Figure 1 presents different heat insulation materials *vs*. the proposed composite.

In should be noted that compressed samples of the paper filler–modified PU system, possess the highest strength and water tightness and their density increases also.

FTIR spectra presented in Fig. 2, are acquired to investigate the polymeric matrix/paper filler interaction and their mixture.

Table 1
Parameters of samples after testing

Binders, PF:PM*, wt.%	Density, g/cm³	Compressive strength, MPa	Water absorption, %	Water tightness	Strength-density ratio, ·10⁴, cm
Cement (10:90)	1.31	8.1	18.0	0.62	6.2
Porous cement (10:90)	0.91	6.8	38.0	0.48	7.5
Elemental sulfur (30:70)	1.73	34.8	3.2	0.99	20.1
PET (30:70)	1.32	21.4	0.5	0.98	16.2
Cement-modified PU (30:70)	0.37	11.0	0.5	0.97	29.7
Compressed cement-modified PU (30:70)	0.42	14.0	0.4	0.98	33.3

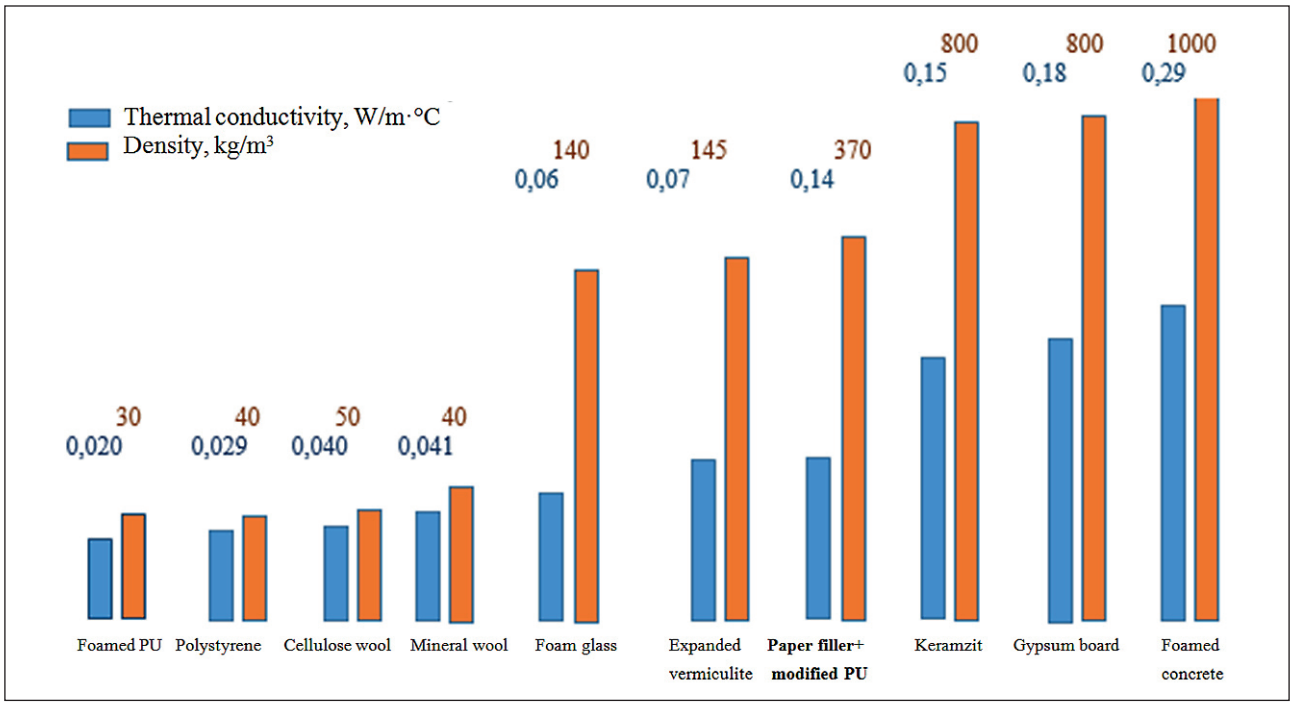


Fig. 1. **Different heat insulation materials *vs*. the proposed composite consisting of 30 wt.% of paper filler and 70 wt.% of modified PU**

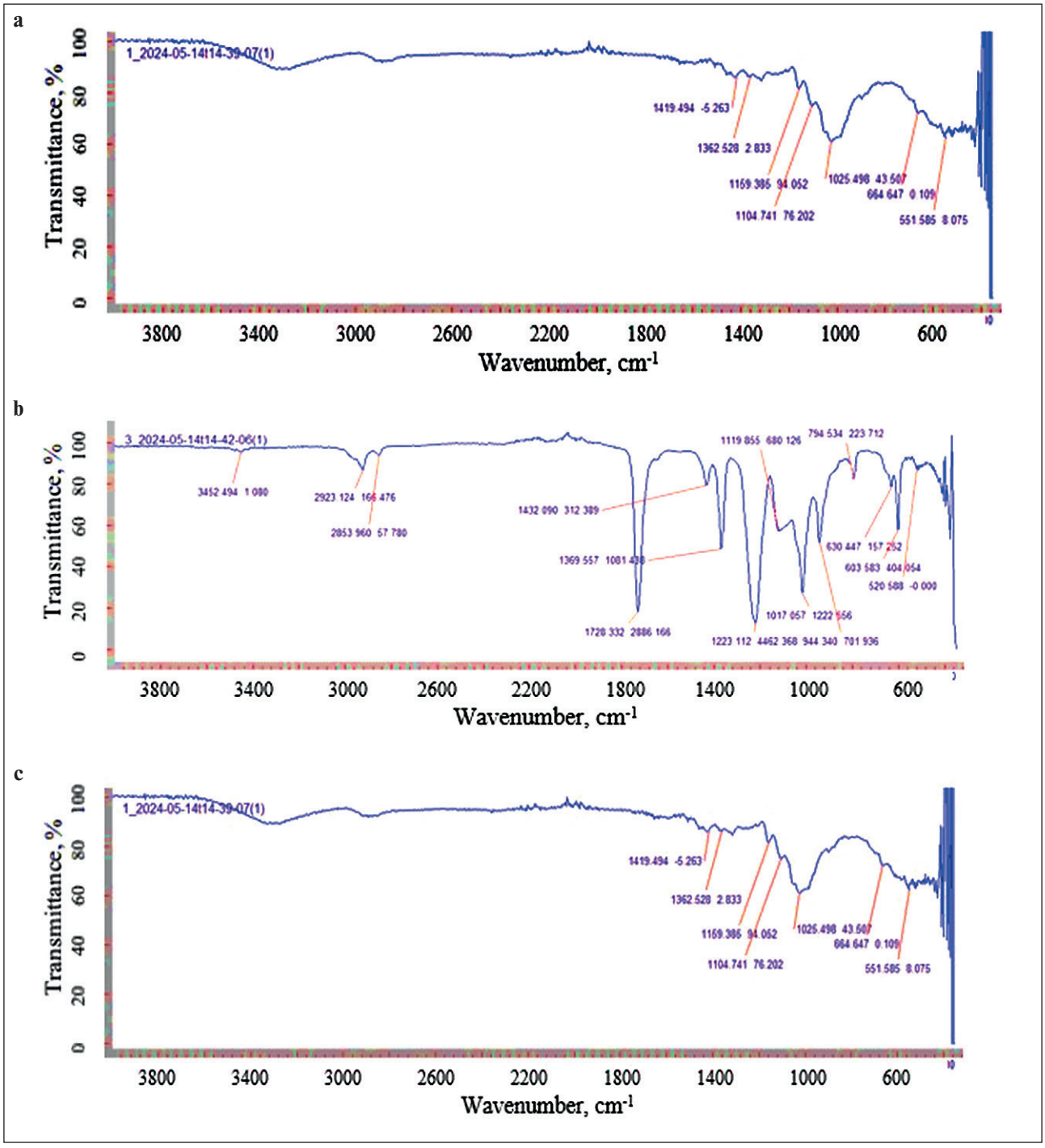


Fig. 2. **FTIR spectra: a – paper filler, b – modified PU, c – mixture of paper filler and modified PU**

The FTIR spectrum of the paper filler (Fig. 2*a*) is mostly determined by the absorption of three hydroxyl groups in each glucopyranose link in cellulose, presented in Fig. 3.

Three types of hydrogen bonds may be present in the cellulose structure, namely two intramolecular and one intermolecular band with respective absorption bands at 3200 to 3400 cm^{-1} [11]. Infrared spectra for the paper filler show stretches of CH– groups (2923 cm^{-1}), carbonyl region (1378 cm^{-1}), and asymmetric vibrations of the pyran ring (near 1113 cm^{-1}). It is interesting that the displacement of peaks relative to each other can be observed on IR spectra for the paper filler and modified PU.

The most pronounced peaks for modified PU (Fig. 2*b*) are observed at 1400–1500, 1700 and 2800–2900 cm^{-1} relating to stretching of C–N, N–H, C=O and CH_2–CH_3

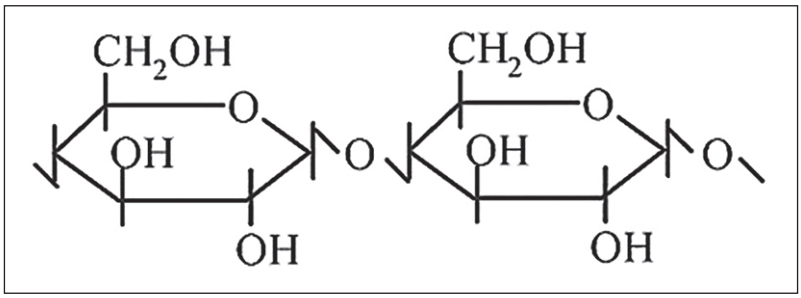


Fig. 3. **Glucopyranose link in cellulose**

groups presenting in the urethane bond [12]. The absorption band at 1113 cm^{-1} relates to asymmetric vibrations of the pyran ring. FTIR spectra consist of many narrow bands, that is associated with the presence of large regions with high molecular ordering. According to Varepo [13], the structure of paper with the polymeric matrix consisting of natural and chemical fiber, strongly depends on the polymer microstructure. Organic polymeric matrices usually provide the formation of the aggregated structure of cellulose fiber, as presented in Fig. 4.

Comparing the FTIR spectra of the initial components and their mixture in the spectral range from 400 to 1800 cm^{-1}, one can see that in the mixture intensive interaction of the components with each other takes place, which is evidenced by a dramatic change in the transmission band intensity. Peaks at 1728 and 1228 cm^{-1} are quite representative. They are induced by vibrations of the carbonyl part of the mixture. Peaks at 400 to 1000 cm^{-1} completely disappear. These results indicate to the intensive interaction between the components, crystallinity level, and adhesion between the components. The crystallinity

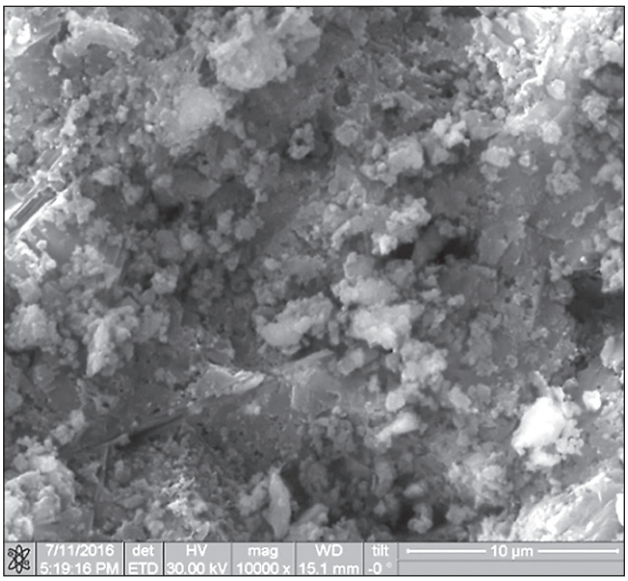


Fig. 4. **SEM image of aggregated structure of paper filler–modified PU composite**

level is determined by the ratio between absorption band intensities at 1372 and 2900 cm^{-1} [14]. The absorption bands at 1372 and 2900 cm^{-1} determine crystalline and amorphous regions, respectively. As shown in Fig. 2*b*, this ratio in the composite significantly reduces, indicating to the prevalence of amorphous components. The 1431–1434 cm^{-1} absorption band relates to deformation vibrations of CH_2– and CH– groups, while 1372 cm^{-1} band belongs to those of OH– groups.

According to the experimental data, the composite structure formation is based on the interaction between the paper filler and modified PU with the involvement of hydrogen bonds along with covalent and intermolecular/van der Waals forces. The presence of the hydrogen bond is proven by the wide transmission spectra in the range of 3200 to 3600 cm^{-1}. The structure of the main cellulose link (Fig. 3) suggests the formation of hydrogen bonds between macromolecules of cellulose, that leads to manifestation of the mechanical rigidity. On average, two inter-chain and up to three intra-chain hydrogen bonds fall on one glucopyranose link in natural cellulose [15].

All other things being equal, the formation of intermolecular hydrogen bonds occurs between the strongest proton donors and acceptors. In cellulose, the electron pair donors are oxygen atoms of the pyranose cycle, whereas in modified PU, this is the N–H protodonor group in the urethane cycle and proton-acceptor hydrogen atoms in the carboxyl group. Synthetic polymers, including modified PU, provide hydrogen bond linkage, resulting in aggregation of components and relatively high mechanical strength of the samples. This is consistent with the data obtained by Grunin *et al.* [16].

In materials science in construction, terahertz spectroscopy gives useful information about the density of materials, the presence of voids, water, etc. [17, 18]. Let us study compressed modified PU samples (Sample N *1*) and those obtained by the conventional technique (Sample N *2*). Terahertz time-domain spectroscopy (THz-TDS) results are presented in Fig. 5. One can see that in case with Sample N *1* (Fig. 5*c*), a part of the terahertz pulse passes through it without any delay. The temporal waveforms of the reference and pulse passed through the sample demonstrate peaks at delay times t = 22 ps

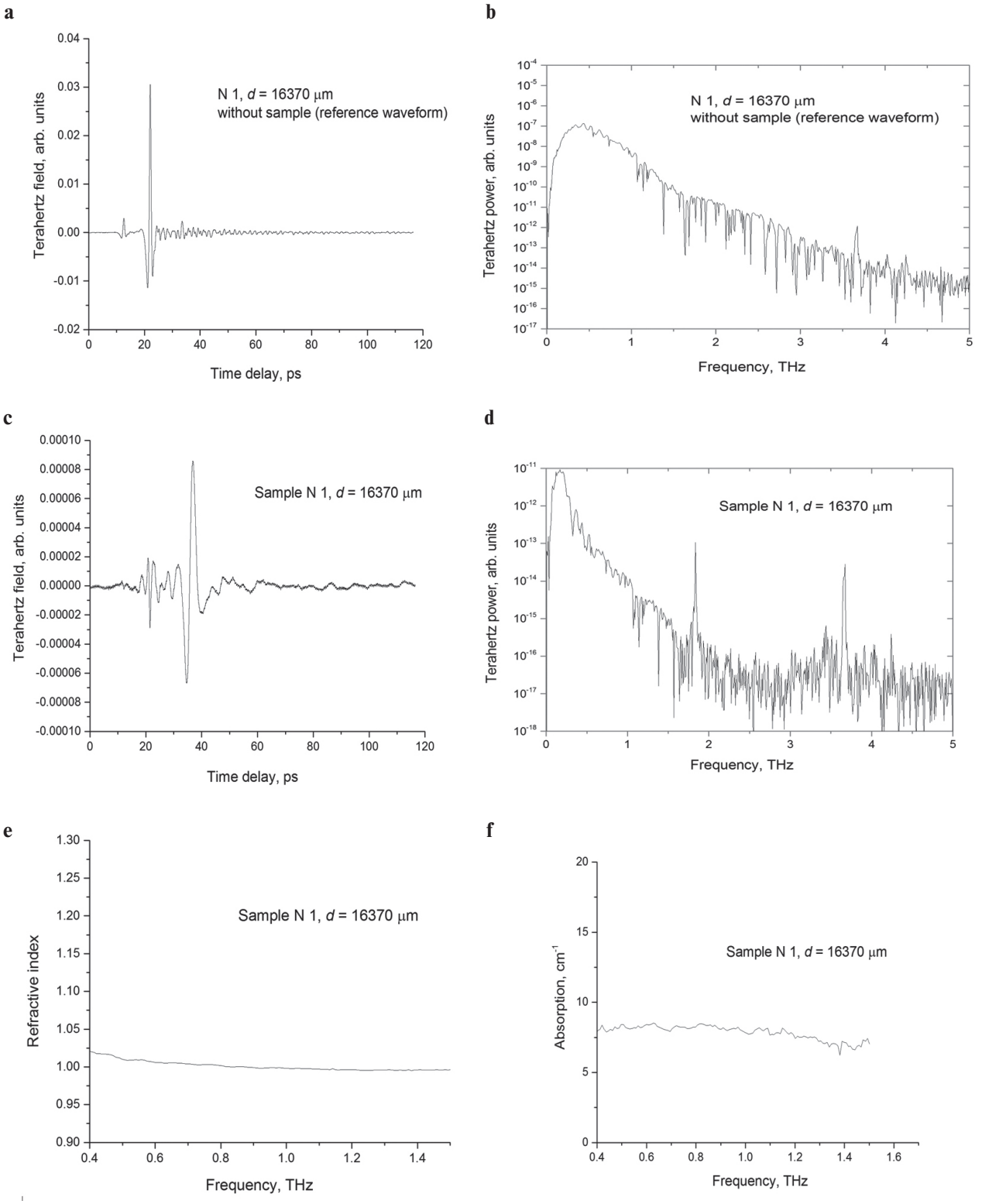


Fig. 5. **Temporal (a) and spectral (b) waveforms of reference signal, signal passed through Samples N 1 and N 2 (c and d), calculated spectra of the effective index of refraction (e) and absorption coefficient (f). Sample thicknesses are shown in the figures**

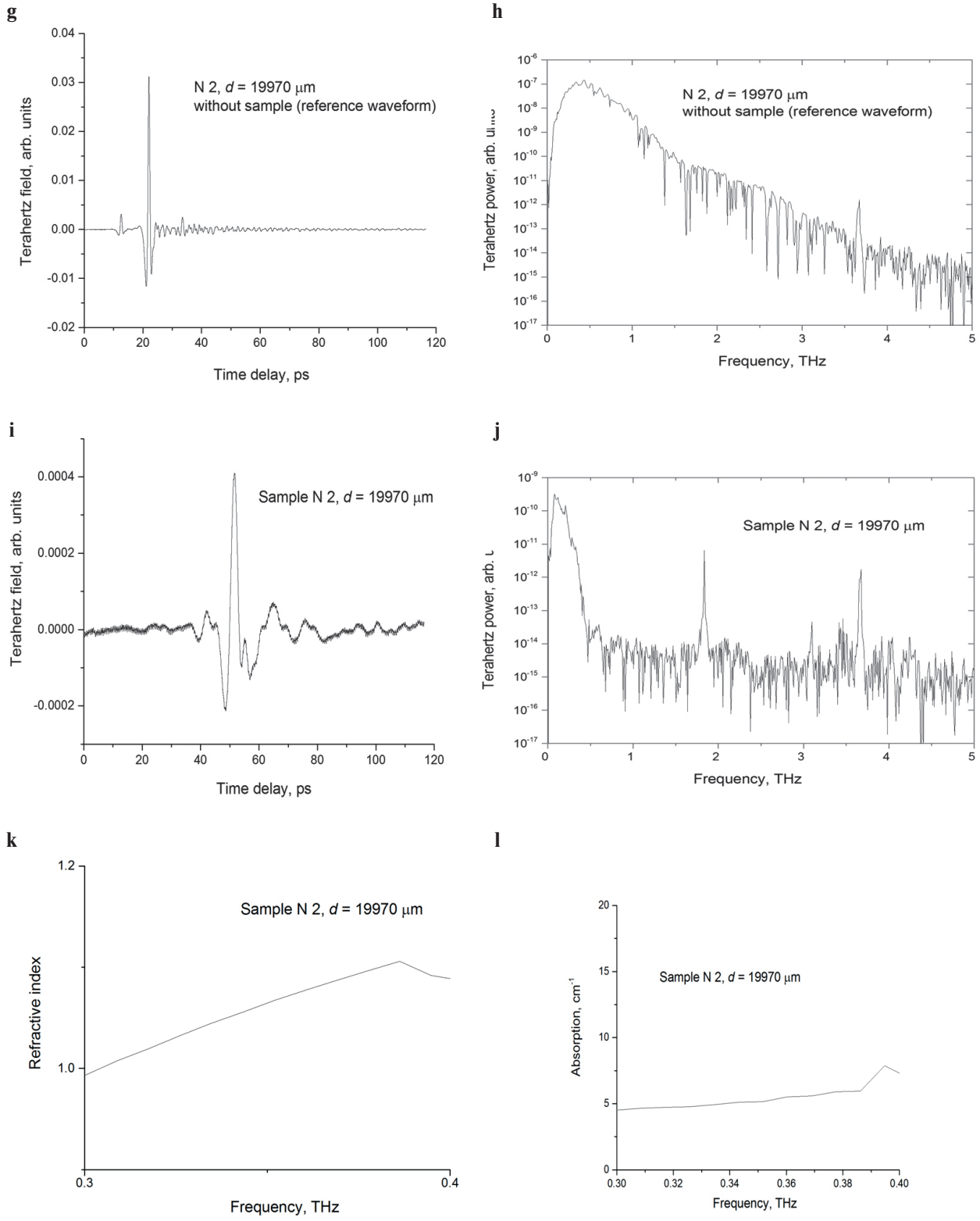

g
Terahertz field, arb. units
N 2, d = 19970 μm
without sample (reference waveform)
Time delay, ps
h
Terahertz power, arb. units
N 2, d = 19970 μm
without sample (reference waveform)
Frequency, THz
i
Terahertz field, arb. units
Sample N 2, d = 19970 μm
Time delay, ps
j
Terahertz power, arb. units
Sample N 2, d = 19970 μm
Frequency, THz
k
Refractive index
Sample N 2, d = 19970 μm
Frequency, THz
l
Absorption, cm-1
Sample N 2, d = 19970 μm
Frequency, THz

Fig. 5. **The end**

(Fig. 5*a*, *c*), that indicates to voids in the sample. The density of Sample N *1* is lower than that of Sample N *2*. The signal passed through Sample N *1*, consists of spectral components with amplitudes exceeding the noise level up to frequency ~2 THz (Fig. 5*d*). The maximum transmittance is observed near 170 GHz, while the maximum intensity of the reference signal occurs at 420 GHz (Fig. 5*b*).

The index of refraction *n* for Sample N *1* is 1.28, and it reduces for the sample obtained by the conventional technique. Figure 5*e* presents the spectrum for the index of refraction obtained from the conventional THz-TDS analysis, using the Blackman window [19] with no account for the sample inhomogeneity. Our calculations are performed using the TeraLyzer software (LyTera, Germany) [20]. The value $\alpha = 21$ cm^{-1} can be obtained using the simplified formula of the frequency-averaged absorption coefficient, *viz*. $\alpha = -\ln(E/E_0)2/d$, where E and E_0 are maximum absolute field intensities of the terahertz signal for the reference pulse and the pulse passed through the sample, respectively (Fig. 5*a*, *c*).

Our experiments show that the lowest thermal conductivity belongs to the material obtained by the conventional molding technique, that is in agreement with the experimental data from [20].

CONCLUSION

Based on the results, it can be concluded that the material with the efficient heat insulation and relatively high compressive strength, low density, and high water tightness was possible to synthesize and thus satisfy the purposes of our research and improve scientific understanding of the material curing mechanism.

REFERENCES

1. Available: www.gazeta.ru/social/news/2023/10/26/21582229.shtml.
2. Monte M. C., Fuente E., Blanco A., Negro C. Waste management from pulp and paper production in the European Union. *Review Waste Manag.* 2009; 293–308. https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.02.002
3. Properties of cellulose wool as paper heat insulation. Available: https://ekovata-msk.ru/stati/ekovata-uteplitel-iz-bumagi/ (accessed 17. 06. 2024).
4. Bang J., H. Choi Y., Ahn K.-S., Yeo H., Oh. J.-K., Kwak H. W. Sustainable cellulose nanofiber/hydrophobic silica nanoparticle coatings with robust hydrophobic and water-resistant properties for wood substrates. *Appl. Surf. Sci.* 2024; 654: 159419. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.159419
5. Kunam P. K., Anushikha, Gaikwad K. K. Water resistant paper based on natural rubber latex from Hevea brasiliensis and butyl stearate hydrophobic coating for packaging applications. *Industrial Crops and Products*. 2023; 205: 117480. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2023.117480
6. GOST 125-2018. Gypsum binders. specifications. Moscow: Standard inform. 2018; 12.
7. GOST P 51695-2000. Polyethylene terephthalate. General specifications. Moscow: Gosstandart Rossii. 2000; 12.
8. GOST 12730.3-2020. Concrete. Determination method for water absorption. Moscow: Standard inform. 2020; 12.
9. GOST 32496-2013. Porous aggregates for lightweight concrete. Moscow: Standard inform. 2013; 12.
10. GOST 7076-99. Group Zh19. Interstate standard. Materials and building products. Determination method for thermal conductivity and thermal resistance under stationary thermal conditions. 1999; 14.
11. Ivanova N. V. Mathematical processing of IR spectrum. *Zhurnal prikladnoi spektroskopii*. 1989; 51(2): 301–306.
12. Moghadam S. G., Momen G., Bakhshandeh E., Jafari R. To be or not to be a hydrophobic matrix? The role of coating hydrophobicity on anti-icing behavior and ions mobility of ionic liquids. *Chem. Eng. J.,* 2024; 485: 149696. https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.149696
13. Varepo L. G. Infrared spectroscopy of paper properties. *Fundamental'nye issledovaniya*. 2007; 12: 463–464. Available: https://fundamental-research.ru/ru/article/view?id=4369 (accessed 29. 04. 2024).
14. Eshbaeva U. Zh., Dzhalilov A. A. Infrared spectroscopy of polymer-bonded paper properties. *Universum: tekhnicheskie nauki*. 2022; 1(94). Available: https://7universum.com/ru/tech/archive/item/12936 (accessed 08. 06. 2024). https://doi.org/10.32743/UniTech.2022.94.1.12936
15. Mikhaleva M. G. Supercoiled anisometric phases in biomimetic and cellulose systems [in Russian], PhD thesis. Moscow, 2017; 135.
16. Grunin Y. B., Grunin L. Yu., Schiraya V. Yu., Ivanova M. S., Masas D. S. Cellulose–water system's state analysis by proton nuclear magnetic resonance and sorption measurements. *Bioresources and Bioprocessing*. 2020; 7(1):1–11. https://doi.org/10.1186/s40643-020-00332-8

17. Abina A., Puc U., Jeglič A., Zidanšek A. Applications of terahertz spectroscopy in the field of construction and building materials. *Appl. Spectrosc. Rev.,* 2014; 50(4): 279–303.

18. Abina A., Puc U., Jeglič A., Zidanšek A. Structural characterization of thermal building insulation materials using terahertz spectroscopy and terahertz pulsed imaging. *NDT & E Int.,* 2016; 77: 11–18.

19. Jepsen P.U., Cooke D.G., Koch M. Terahertz spectroscopy and imaging–Modern techniques and applications. *Las. Phot. Rev.* 2011; 5(1): 124–166. https://doi.org/10.1002/lpor.201200505

20. Yang Y., Wu T.V., Sempey A., Pradere C., Sommier A., Batsale J.-C. Combination of terahertz radiation method and thermal probe method for non-destructive thermal diagnosis of thick building walls. *Energy Build.,* 2018; 158: 1328–1336. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.11.029

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Yury S. Sarkisov – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Physics, Chemistry, and Theoretical Physics Department, Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia, sarkisov@tsuab.ru, https://orcid.org/0000-0001-9439-1994

Nikolai P. Gorlenko – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Physics, Chemistry, and Theoretical Physics Department, Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia, gorlen52@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-6237-4353

Svetlana V. Samchenko – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Materials Science in Construction, National Research Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russia, samchenko@list.ru, https://orcid.org/0000-0002-3523-593X

Mikhail G. Bruyako – Cand. Sci. (Eng.), Asisstant Professor, Department of Materials Science in Construction, National Research Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russia, mbruyako@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0003-1284-6209

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

Yury S. Sarkisov – supervision, methodology, data analysis, conclusions.

Nikolai P. Gorlenko – experiments, data analysis, graphical and tabular data representation.

Svetlana V. Samchenko – materials science in construction advice, experimental data analysis and theoretical background.

Mikhail G. Bruyako - literature review, graphical and tabular data representation.

The authors declare no conflict of interest.

The article was submitted 01.07.2024; approved after reviewing 05.08.2024; accepted for publication 12.08.2024.

СТРОИТЕЛЬНОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Научная статья
УДК 691.327.333
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-301-309

CC BY 4.0

Использование отходов целлюлозно-бумажной промышленности в технологии вяжущих и цементных систем

Юрий Сергеевич Саркисов[1]*, Николай Петрович Горленко[1], Светлана Васильевна Самченко[2], Михаил Герасимович Бруяко[2]

[1] Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия
[2] Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет, Москва, Россия
* Автор, ответственный за переписку: e-mail: sarkisov@tsuab.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. Одним из путей утилизации и переработки невостребованных промышленностью бумажных отходов является использование целлюлозы бумаги в качестве наполнителя в производстве строительных материалов различного технического назначения. Особое распространение среди них получили декоративные, отделочные и теплоизоляционные материалы. В статье предложены составы и технология получения теплоизоляционного материала, характеризующегося прочностью на сжатие не менее 10 МПа, водостойкостью (коэффициентом размягчения) – 0,8 и плотностью – не более 600 кг/м^3. Рассмотрен вероятный механизм формирования структур твердения в исследуемых системах. **Материалы и методы исследования.** Отходы гофрированного картона марки МС-5Б. Неорганическое вяжущее – быстротвердеющий цемент марки М-500 (ЦЕМ 47,5). Полимерные связующие – элементарная сера, полиэтилентерефталат, модифицированный цементом с добавкой наноразмерного оксида кремния полиуретан (МПУ). ИК-спектральный анализ, импульсная терагерцевая спектрометрия, электронномикроскопический анализ. Методы испытания образцов на прочность при сжатии, водостойкость, водопоглощение. **Результаты и обсуждения.** Приведены физико-механические свойства композитов на основе бумажного наполнителя и полимерного связующего на основе модифицированного цементом полиуретана и проведено сопоставление полученных результатов испытаний с экспериментальными данными материалов на основе других вяжущих. Установлено, что композиция состава модифицированный полиуретан – бумажный наполнитель удовлетворяет цели и задачам настоящего исследования. Развиты представления о механизме формирования структур твердения в системе полимерное связующее – бумажный наполнитель. Методом терагерцевой спектрометрии установлены корреляции между спектральными характеристиками и значениями теплопроводности, плотности синтезированных теплоизоляционных материалов. **Заключение.** Синтезирован эффективный теплоизоляционный материал с относительно высокой прочностью на сжатие, низкой плотностью и высокой водостойкостью. Развиты представления о механизме формирования структур твердения.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: строительные материалы, бумажный наполнитель, связующие, полимеры, прочность, водостойкость, водопоглощение, ИК-спектроскопия, терагерцевая спектрометрия, водородная связь.

БЛАГОДАРНОСТИ: Исследование было профинансировано Национальным исследовательским Московским государственным строительным университетом (грант 2024 года на фундаментальные и прикладные научные исследования, выполняемые членами и стратегическими партнерами Отраслевого консорциума «Строительство и архитектура»).

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Саркисов Ю.С., Горленко Н.П., Самченко С.В., Бруяко М.Г. Использование отходов целлюлозно-бумажной промышленности в технологии вяжущих и цементных систем // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 301–309. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-301-309. – EDN: GCICKX.

© Саркисов Ю.С., Горленко Н.П., Самченко С.В., Бруяко М.Г., 2024

ВВЕДЕНИЕ

В России ежегодно образуется около 8 млн. тонн бумажных отходов, но перерабатывают только 4,1 млн тонн [1]. Для сравнения, в Китае ежегодно поставляется около половины всего мирового объема бумажного сырья для дальнейшей переработки. Целлюлозная промышленность в Китае рентабельна и приносит ощутимые прибыли. В Европейском союзе ежегодно образуется 11 миллионов тонн отходов, из которых только 70% приходится на переработку бумаги [2]. В настоящее время в нашей стране не хватает производственных мощностей для утилизации и переработки уже существующих накоплений бумажных отходов. Существенная часть отходов подвергается гниению и является одним из загрязнителей окружающей среды. В этой связи актуальным остается разработка составов и технологий использования отходов целлюлозно-бумажной промышленности для создания и производства строительных материалов различного технического назначения. В первую очередь, это касается отделочных, декоративных и теплоизоляционных материалов. В этом отношении наиболее известным применением отходов целлюлозной промышленности является производство эффективного утеплителя – эковаты. Особенно эковата популярна в странах, расположенных в северных широтах, во влажно-климатической зоне. Состав этого утеплителя содержит 81% переработанной целлюлозы, 7% тетрабората натрия и 12% природных антисептиков [3].

Следует отметить, что композиты, получаемые из переработанной бумаги, представляют собой материалы, состоящие, как правило, из более чем двух компонентов, обладающих различными физическими или химическими свойствами. Одним из компонентов является бумага, которая играет роль основного по объему компонента, вторым – связующее, которое обеспечивает прочность и стабильные характеристики конечного продукта. Добавки – модификаторы придают функциональные свойства создаваемым композитам. Несмотря на то, что связующие и бумажный наполнитель имеют различную природу, за счет введения добавок-модификаторов удается достигать высоких эксплуатационных характеристик создаваемых материалов.

Основным недостатком целлюлозного наполнителя является высокое значение водопоглощения и низкая водостойкость. Эта задача решается, прежде всего, путем применения традиционных гидрофобных составов. Предпринимаются попытки расширить ассортимент экологически чистых гидрофобизаторов. Например, неорганические наночастицы SiO_2, нанесенные на нановолокна целлюлозы [4]. В работе [5] предлагается гидрофобное покрытие, основанное на сочетании натурального каучукового латекса и бутилстеарата. Составы способствуют значительному снижению показателя водопоглощения с 128 г/м^2 до 0,8 г/м^2. При этом значительно уменьшается поверхностная энергия бумаги, что подтверждается высоким значением краевого угла смачивания. Однако поиск эффективных гидрофобных альтернативных составов, недорогих по стоимости и удобных в технологическом применении, является до сих пор актуальной задачей.

Вторым важным компонентом при получении композитов является связующее. Здесь можно выделить синтетические связующие, большинство которых являются гидрофобными веществами. Их основным недостатком является чувствительность к изменению температуры и ограниченная механическая прочность. По силе связывания первое место занимает поливиниловый спирт, затем – карбоксилметилцеллюлоза, соевый протеин, казеин, энзиматический и оксидированные крахмалы. Необходимо отметить, что неорганические вяжущие, такие как цемент, гипс и известь, значительно уступают полимерным связующим из-за придания создаваемым материалам повышенной плотности. Многочисленные исследования как отечественных, так и зарубежных ученых, в том числе и предварительных экспериментов, проведенные авторами настоящей работы [6], показали, что даже в поризованных цементных системах не удается одновременно обеспечить, с одной стороны, низкую плотность, а с другой – высокую прочность и водостойкость образцов цементного камня. В этой связи, в качестве связующих широко применяют клеи и адгезивы различного состава органической природы, такие как мочевино-меламиноформальдегидная смола, вулканизирующий каучуковый клей, казеин, мочевиноформальдегидная смола, поливинилацетат, поливиниловый спирт и др. Поиск новых и модифицирование известных составов, обеспечивающих низкие значения плотности и теплопроводности, высокие параметры прочности и водостойкости строительных материалов является одной из актуальных и сложных задач современного строительного материаловедения.

Целью настоящей работы ставилось разработать состав и технологию получения теплоизоляционного материала, характеризующегося прочностью на сжатие не менее 10 МПа, водостойкостью (коэффициентом размягчения) – 0,8 и плотностью – не более 600 кг/м^3 и изучить вероятный механизм формирования структур твердения.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве бумажного наполнителя использовались отходы гофрированного картона марки МС-5Б.

Неорганическими вяжущими служили быстротвердеющий цемент марки М-500 (ЦЕМ 47,5). В качестве полимерных связующих использовали элементарную серу, полиэтилентерефталат [7], модифицированный цементом с добавкой наноразмерного оксида кремния полиуретан (МПУ).

По традиционной технологии после предварительной сортировки макулатуры ее отправляют в измельчитель. Под воздействием воды происходит выделение целлюлозы и других элементов, сырье набухает, наблюдается расщепление массы целлюлозы до отделения волокон. Затем полученная густая смесь (суспензия) направляется на производство вторичной продукции. В настоящей работе измельчение бумажных отходов в сухом и мокром состоянии осуществляли в мельнице роторного типа. Скорость вращения лопастей мешалки составляла 3000 об/мин, время обработки – 2–4 мин.

При мокром диспергировании соотношение массы картона и воды составляло 1:10, что обеспечивало оптимальные условия измельчения исходного сырья. В дальнейшем бумажный наполнитель вводили в вяжущее неорганической природы (цемент, гипс), перемешивали до однородной массы и формировали образцы – кубики размером $(2\times2\times2)\times10^{-3}$ м. Через 7 суток твердения образцы подвергались испытанию на прочность, водостойкость и водопоглощение. В настоящей работе поризацию цементного теста вяжущих систем осуществляли путем введения алюминиевой пудры. Учитывая, что показатели прочности и плотности не удовлетворяют целям и задачам настоящей работы, основное внимание в дальнейшем уделено полимерным связующим. В качестве неорганического полимера выбрана элементарная сера, а в качестве полимерного связующего на органической основе – полиэтилентерефталат и модифицированный полиуретан. В этом случае для сравнения готовились образцы при удельном давлении прессования 100 кг/см^2. Прочность при сжатии определяли на гидравлическом прессе типа ВНИР на стандартных образцах; водопоглощение – по [8], водостойкость – коэффициент размягчения по [9]; коэффициент теплопроводности определяли по [10]. Коэффициент конструктивного качества (ККК) определяли как отношение прочности на сжатие к плотности материала.

С целью изучения механизма взаимодействия связующего с бумажным наполнителем проводили спектральные исследования на ИК-спектрометре Agilent Cary 630 FNIR и импульсном терагерцевом спектрометре T-Spec 1000 с приемником в виде фотопроводящих дипольных антенн на основе LT-GaAs. Прибор характеризуется высокими спектральным разрешением (до 5 ГГц) и динамическим диапазоном не менее 90 дБ на частоте 400 ГГц. Такие характеристики позволили на образцах толщиной 2 см получить временные формы терагерцовых импульсов, прошедших сквозь образец. Электронные микроскопические исследования проводили на растровом электронном микроскопе Tescan MIRA 3 LMU.

Измельчение бумажной массы сухим способом приводит к получению исходного сырья волокнистого вида, тогда как при осуществлении мокрого способа бумажная масса после сушки образует агрегаты, что требует проведение дополнительных операций повторного измельчения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты испытаний исследуемых образцов представлены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, достигнуть значений параметров плотности, прочности и водостойкости, удовлетворяющих целям и задачам настоящей работы, удалось только для композита на основе модифицированного полиуретана. Значения ККК для образцов

Таблица 1
Результаты испытаний исследуемых образцов

Тип связующего. Состав: БН:СВ, масс. %	Плотность, г/см^3	Прочность при сжатии, МПа	Водопоглощение, %	Коэффициент водостойкости	ККК, $\times10^4$ см
Цемент (10:90)	1,31	8,1	18,0	0,62	6,2
Цемент (10:90) поризованный	0,91	6,8	38,0	0,48	7,5
Элементарная сера (30:70)	1,73	34,8	3,2	0,99	20,1
Полиэтилен-терефталат (30:70)	1,32	21,4	0,5	0,98	16,2
МПУ (30:70)	0,37	11,0	0,5	0,97	29.7
МПУ (30:70) Прессованный образец	0,42	14,0	0,4	0,98	33.3

Примечание: БН – бумажный наполнитель, СВ – связующее.

на органических связующих намного превосходят таковые для неорганических вяжущих. Наиболее высоким показателем коэффициента конструктивного качества обладают прессованные образцы на основе модифицированного полиуретана.

На рис. 1 приведена сравнительная характеристика теплоизоляционных материалов по сравнению с предлагаемым композитом.

Следует отметить, что прессованные образцы в системе МПУ-бумажный наполнитель обладают более высокой прочностью и водостойкостью, однако при этом возрастает и плотность материала.

С целью выяснения механизма взаимодействия связующего с бумажным наполнителем были сняты ИК-спектры образцов бумажного наполнителя, модифицированного полиуретана и их смеси. Результаты представлены на рис. 2.

ИК-спектр бумажного наполнителя (рис. 2а) определяется в основном поглощением трех гидроксидных групп, находящихся в составе каждого глюкопиранозного звена целлюлозы, представленного на рис. 3.

В структуре целлюлозы возможна реализация трех типов водородных связей: две внутримолекулярные и одна межмолекулярная, которым соответствуют полосы поглощения в диапазоне частот 3200–3400 $см^{-1}$ [11]. В ИК-спектрах бумажного наполнителя валентные колебания СН-групп (2923 $см^{-1}$), карбонильный участок (1378 $см^{-1}$), ассиметричные колебания пиранового звена (около 1113 $см^{-1}$). Следует отметить, что на ИК спектрах бумажного наполнителя и модифицированного полиуретана возможно смещение пиков частот относительно друг друга.

Наиболее характерные пики для модифицированного полиуретана (рис. 2б) находятся в диапазоне волновых чисел 1400–1500, 1700 и 2800–2900 $см^{-1}$, которые относят к растягивающим колебаниям групп С–N, N–H, C=O и CH_2–CH_3, присутствующим в уретановой связи [12]. Полоса поглощении при 1113 $см^{-1}$ относится к ассиметричным валентным колебаниям пиранового кольца. При этом спектры содержат большое число узких полос, что связано с наличием больших областей высокой молекулярной упорядоченности. Известно, что структура бумаги из натуральных и химических волокон при использовании полимерных связующих во многом зависит от микроструктуры самого полимера [13]. Как правило, связующие на основе органических полимеров приводят к образованию агрегированной структуры целлюлозных волокон (рис. 4).

Как видно из сравнения ИК-спектров в области частот от 400 до 1800 $см^{-1}$ исходных компонентов и их смеси в композиции идет интенсивное взаимодействие компонентов, на что указывает резкое изменение интенсивности полос пропускания. При этом особо характерными являются пики на частотах 1728 $см^{-1}$, а также 1228 $см^{-1}$, отражающие колебания карбонильного участка композиции. Пики поглощения в интервале 400–1000 $см^{-1}$ практически полностью исчезают. Полученные результаты указывают на сильное взаимодействие между компонентами, изменение степени кристалличности и адгезии компонентов друг к другу. О степени кристалличности

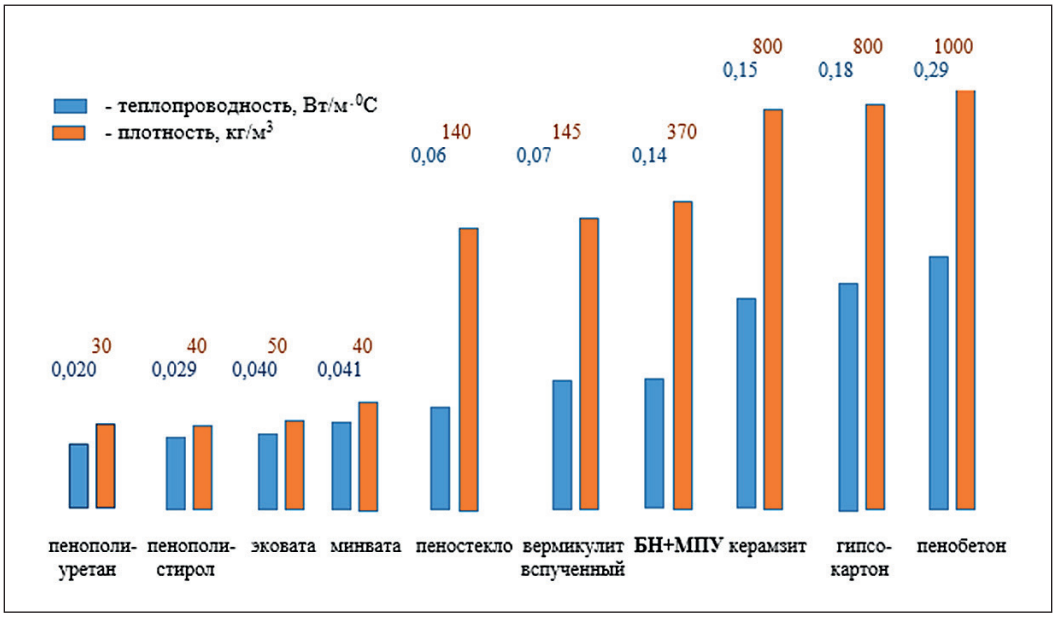


Рис. 1. **Сравнительная характеристика теплоизоляционных материалов по сравнению с композитом состава, масс. %: бумажный наполнитель – модифицированный полиуретан = 30:70**

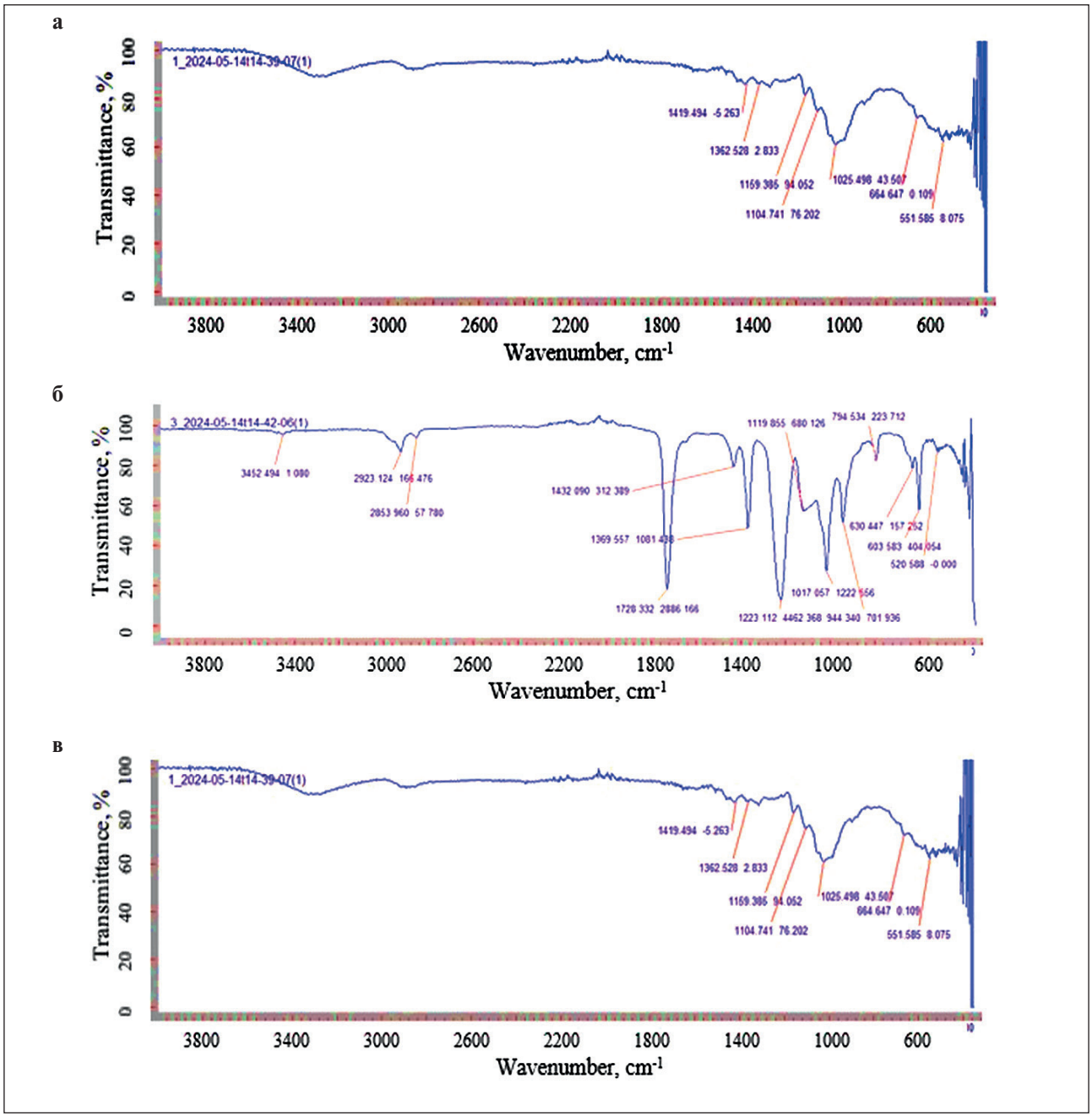


Рис. 2. **ИК-спектры бумажного наполнителя (а), модифицированного полиуретана (б) и их смеси (в)**

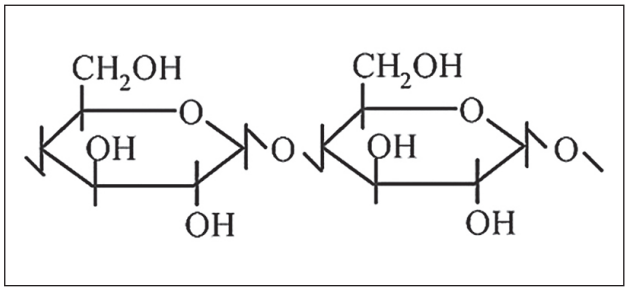


Рис. 3. **Структура глюкопиранозного звена целлюлозы**

можно судить по отношению интенсивностей полос поглощений при 1372 см$^{-1}$ и 2900 см$^{-1}$ [14]. Полоса поглощений при 1372 см$^{-1}$ отвечает за кристаллическую область, а при 2900 см$^{-1}$ – за аморфную. Как следует из сравнения спектров на рис. 2б и рис. 2в, это соотношение в композите значительно уменьшается, что указывает на преобладание аморфной составляющей компонентов. Полоса поглощения при 1431–1434 см$^{-1}$ относится к деформационным колебаниям CH_2- и CH-групп, а при 1372 см$^{-1}$ – к деформационным колебаниям OH-групп.

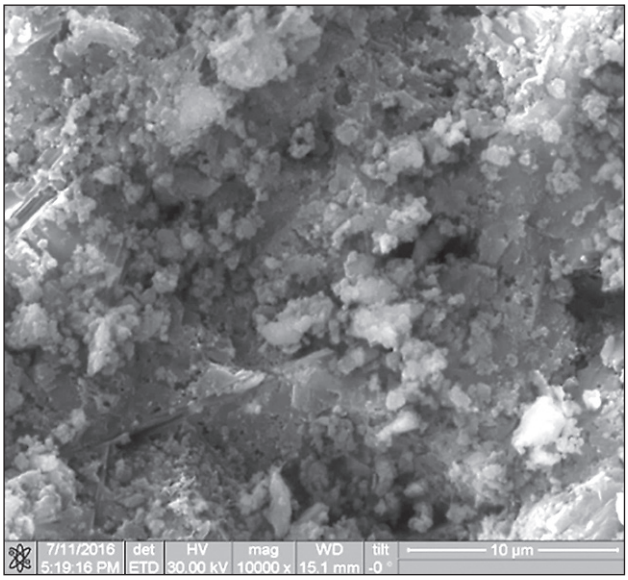


Рис. 4. **Агрегированные структуры композита: бумажный наполнитель — модифицированный полиуретан**

Из анализа экспериментальных данных следует, что в основе формирования структуры композита, на наш взгляд, лежат, прежде всего, механизмы взаимодействия модифицированного полиуретана и целлюлозы бумажного наполнителя с участием водородных связей наряду с проявлением сил ковалентной связи и сил межмолекулярного взаимодействия Ван-дер-Ваальса. На наличие водородной связи, прежде всего, указывают широкие спектры пропускания в области 3200–3600 см$^{-1}$. Структурная особенность строения основного звена целлюлозы (рис. 3) предполагает образование водородных связей между макромолекулами целлюлозы, что приводит к проявлению свойства механической жесткости. В среднем, на одно глюкопиранозное звено в натуральной целлюлозе приходятся две межцепочечные и до трех внутрицепочечных водородных связей [15].

При прочих равных условиях образование межмолекулярных водородных связей протекает между наиболее сильными донорами и акцепторами протонов. В целлюлозе в качестве доноров электронной пары выступают атомы кислорода пиранозно-

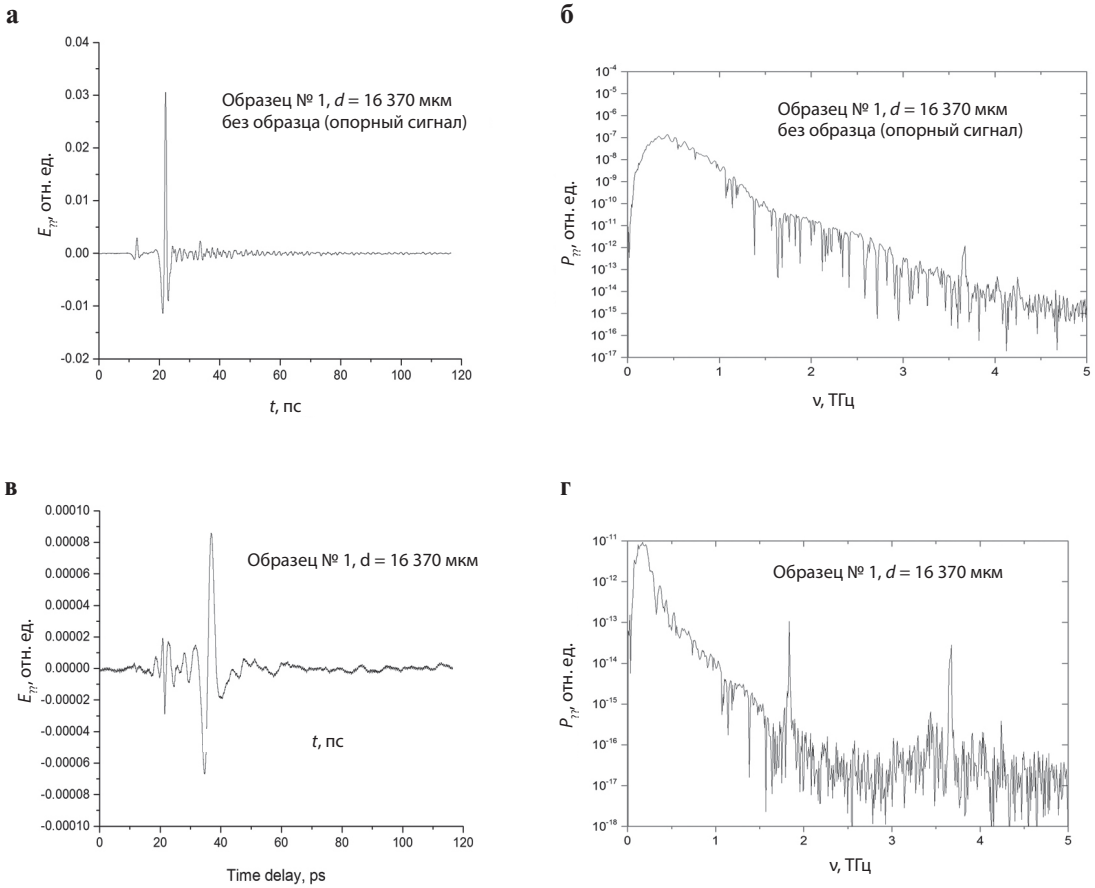


Рис. 5. **Временные и частотные формы опорного сигнала (а и б) соответственно и сигнала, прошедшего через образцы № 1 и № 2 (в и г) соответственно, а также рассчитанные спектральные зависимости интегрального показателя преломления (д) и коэффициента поглощения по интенсивности (е)**

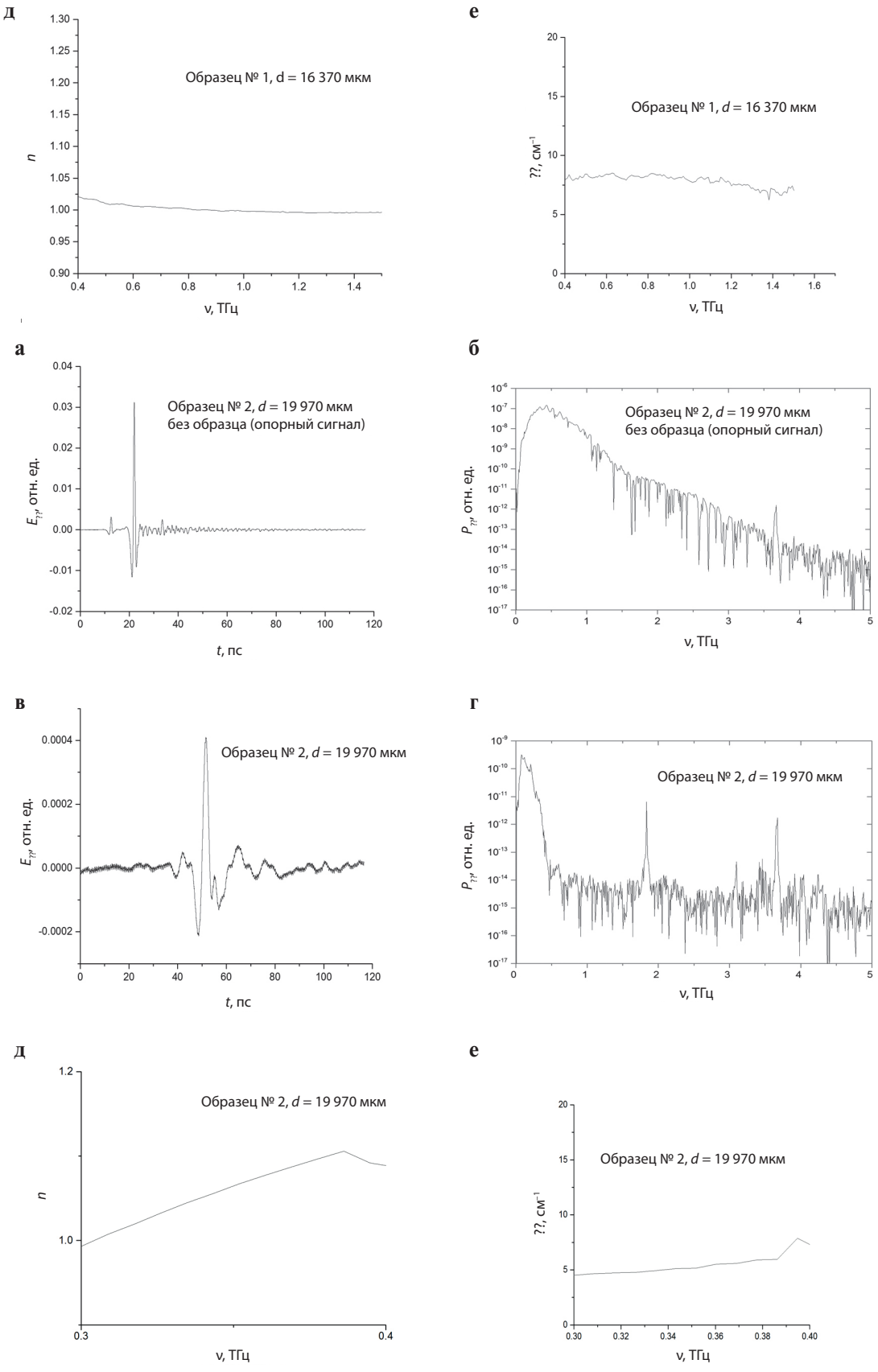


Рис. 5. **Окончание**

го цикла, а в МПУ – протодонорная группа N–H в уретановом цикле и протоноакцепторные атомы кислорода в карбоксильной группе. Синтетические полимеры, к которым относится и модифицированный полиуретан, приводят к сшивке водородных связей, в результате чего наблюдается агрегация компонентов и обеспечивается относительно высокая механическая прочность образцов, что согласуется с литературными данными [16].

В строительном материаловедении применение терагерцового излучения позволяет получить полезную информацию о плотности используемых материалов, наличии пустот и пор, присутствии воды и др [17,18]. В работе исследовали прессованные образцы с модифицированной полиуретановой матрицей (образец № 1) и образцы, полученные обычным методом формования (образец № 2). Результаты террагерцевой спектроскопии исследуемых образцов представлены на рис. 5.

Из анализа кривых рис. 5 следует, что в случае образца № 1 (рис. 5в) заметно небольшое прохождение терагерцового импульса практически без задержки. Наблюдаются максимумы на временных формах опорного сигнала и импульса, прошедшего образец, при одном значении t = 22 пс (рис. 5а и 5в), что говорит о том, что в образце имеются пустоты. Образец № 1 является наименее плотным по сравнению с образцом № 2. Сигнал, прошедший через образец, содержит спектральные компоненты с амплитудами, превышающими уровень шума, до частоты около 2 ТГц (рис. 5г). Максимальное пропускание наблюдается на частоте вблизи 170 ГГц (рис. 5г), тогда как максимум спектральной интенсивности опорного сигнала находится на частоте 420 ГГц (рис. 5б).

Для образца № 1 показатель преломления n = 1,28. Для образца, полученного обычным способом, показатель преломления уменьшается. Спектр показателя преломления, полученный при стандартном анализе данных импульсной терагерцовой спектроскопии, при использовании оконной функции Блэкмана [19], но без учета неоднородности образца, показан на рис. 5д. В настоящей работе для расчетов использовалась специализированная программа TeraLyzer (LyTera, Германия) [20]. Аналогично с использованием упрощенной формулы для расчета усредненного по частотам коэффициента поглощения $\alpha = -\ln(E/E_0)2/d$, где E и E_0 – максимальная по модулю напряженность поля терагерцового сигнала для опорного импульса и прошедшего через образец (рис. 5а и 5в), можно получить значение $\alpha = 21$ см$^{-1}$.

Проведенные эксперименты показали, что наименьшей теплопроводностью будет обладать материал, полученный обычным формованием, что согласуется с экспериментальными данными, представленными в [20].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, удалось синтезировать эффективный теплоизоляционный материал с относительно высокой прочностью на сжатие, низкой плотностью и высокой водостойкостью, удовлетворяющими цели и задачам настоящего исследования, и расширить представления о механизме формирования структур твердения.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Available: www.gazeta.ru/social/news/2023/10/26/21582229.shtml.
2. Monte M. C., Fuente E., Blanco A., Negro C. Waste management from pulp and paper production in the European Union. *Review Waste Manag.* 2009; 293–308. https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.02.002
3. Эковата – утеплитель из бумаги. Особенности, характеристики и свойства // URL: https://ekovata-msk.ru/stati/ekovata-uteplitel-iz-bumagi/ (дата обращения: 17.06.2024).
4. Bang J., H. Choi Y., Ahn K.-S., Yeo H., Oh. J.-K., Kwak H. W. Sustainable cellulose nanofiber/hydrophobic silica nanoparticle coatings with robust hydrophobic and water-resistant properties for wood substrates. *Appl. Surf. Sci.* 2024; 654: 159419. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.159419
5. Kunam P. K., Anushikha, Gaikwad K. K. Water resistant paper based on natural rubber latex from Hevea brasiliensis and butyl stearate hydrophobic coating for packaging applications. *Industrial Crops and Products.* 2023; 205: 117480. https://doi.org/org/10.1016/j.indcrop.2023.117480
6. ГОСТ 125-2018. Вяжущие гипсовые. Технические условия. Москва: Стандарт информ. 2018. 12 с.
7. ГОСТ Р 51695-2000. Полиэтилентерефталат. Общие технические условия. Москва: Госстандарт России. 2000. 12 с.
8. ГОСТ 12730.3-2020. Бетоны. Метод определения водопоглощения. Москва: Стандарт информ. 2020. 12 с.
9. ГОСТ 32496 -2013. Заполнители пористые для легкого бетона. Москва: Стандарт информ. 2013. 12 с.

10. ГОСТ 7076-99. Группа Ж19. Межгосударственный стандарт. Материалы и изделия строительные. Метод определения теплопроводности и термического сопротивления при стационарном тепловом режиме. 1999. 14 с.

11. Иванова Н.В. Математическая обработка ИК спектра // *Журнал прикладной спектроскопии.* 1989. 51. № 2. С. 301–306.

12. Moghadam S. G., Momen G., Bakhshandeh E., Jafari R. To be or not to be a hydrophobic matrix? The role of coating hydrophobicity on anti-icing behavior and ions mobility of ionic liquids. *Chem. Eng. J.*, 2024; 485: 149696. https://doi.org/org/10.1016/j.cej.2024.149696

13. Варепо Л.Г. Исследование свойств бумаги методом ИК- спектроскопии //Фундаментальные исследования. 2007. 12. 463-464. URL: https://fundamental-research.ru/ru/article/view?id=4369 (дата обращения: 29.04.2024).

14. Ешбаева У.Ж., Джалилов А.А. ИК-спектроскопические исследования свойств бумаг со связующими полимерами // Universum: технические науки. 2022. 1(94). URL: https://7universum.com/ru/tech/archive/item/12936 (дата обращения: 08.06.2024) https://doi.org/10.32743/UniTech.2022.94.1.12936

15. Михалева М. Г. Суперспирализованные анизометрические фазы в системах биомиметиков и целлюлозе. Дисс. ... на соискание ученой степени канд. физ.-мат. наук. Москва. 2017. 135 с.

16. Grunin Y. B., Grunin L. Yu., Schiraya V. Yu., Ivanova M. S., Masas D. S. Cellulose–water system's state analysis by proton nuclear magnetic resonance and sorption measurements. *Bioresources and Bioprocessing.* 2020; 7(1):1–11. https://doi.org/10.1186/s40643-020-00332-8

17. Abina A., Puc U., Jeglič A., Zidanšek A. Applications of terahertz spectroscopy in the field of construction and building materials. *Appl. Spectrosc. Rev.*, 2014; 50(4): 279–303.

18. Abina A., Puc U., Jeglič A., Zidanšek A. Structural characterization of thermal building insulation materials using terahertz spectroscopy and terahertz pulsed imaging. *NDT & E Int.*, 2016; 77: 11–18.

19. Jepsen P.U., Cooke D.G., Koch M. Terahertz spectroscopy and imaging–Modern techniques and applications. *Las. Phot. Rev.* 2011; 5(1): 124–166. https://doi.org/10.1002/lpor.201200505

20. Yang Y., Wu T.V., Sempey A., Pradere C., Sommier A., Batsale J.-C. Combination of terahertz radiation method and thermal probe method for non-destructive thermal diagnosis of thick building walls. *Energy Build.*, 2018; 158: 1328–1336. https://doi.org/org/10.1016/j.enbuild.2017.11.029

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Саркисов Юрий Сергеевич – доктор технических наук, профессор кафедры физики, химии и теоретической механики Томского государственного архитектурно-строительного университета, Томск, Россия, sarkisov@tsuab.ru, https://orcid.org/0000-0001-9439-1994

Горленко Николай Петрович – доктор технических наук, профессор кафедры физики, химии и теоретической механики Томского государственного архитектурно-строительного университета, Томск, Россия, gorlen52@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-6237-4353

Самченко Светлана Васильевна – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой строительного материаловедения Национального исследовательского Московского государственного строительного университета, samchenko@list.ru, https://orcid.org/0000-0002-3523-593X

Бруяко Михаил Герасимович – кандидат технических наук, доцент кафедры строительного материаловедения Национального исследовательского Московского государственного строительного университета, mbruyako@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0003-1284-6209

ВКЛАД АВТОРОВ

Саркисов Ю.С. – научное руководство; разработка методологии исследования; анализ результатов, составление заключения.

Горленко Н.П. – проведение экспериментальной работы, анализ результатов исследования; графическое и табличное представление результатов.

Самченко С.В. – консультирование по вопросам строительного материаловедения; анализ экспериментальных результатов исследования и их теоретическое обоснование.

Бруяко М.Г. – литературный обзор; графическое и табличное представление результатов исследования.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 01.07.2024; одобрена после рецензирования 05.08.2024; принята к публикации 12.08.2024.

CONSTRUCTION MATERIALS SCIENCE

Review article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-310-319

CC BY 4.0

Rheological behavior of mixtures used in 3d-printing: experimental evaluation of the effectiveness of criteria requirements for filler

Galina Stanislavovna Slavcheva*, **Valentina Anatolievna Solonina**, **Igor Olegovich Razov**, **Pavel Vasilievich Filipenko**, **Viktor Sergeevich Orlov**
Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia
* Corresponding author: e-mail: gslavcheva@yandex.ru

ABSTRACT

Introduction. For handling the problem of mixtures design for additive construction technologies, the paper presents the results of experimental studies of rheological behavior and production characteristics (plasticity and shape stability) of cement mixtures based on various types of fillers with different size, shape, and grade. **Methods and materials.** Rheological properties of 3D-printable mixtures were investigated using squeezing rheometry methods. The constant strain rate mode of 5 mm/s was used to evaluate plasticity and the constant load rate of 5 N/s was used to evaluate form stability. Scanning electron microscopy method (Phenom XL) was used to evaluate the size-geometry characteristics of cement and filler particles. Image processing to determine particle length and width was performed using ParticleMetric software. The size and gradation of the cement and filler particles were evaluated using a laser particle size analyser "Analyzette 22". **Results and discussion.** It was found that a necessary condition for the plasticity and stability of mixtures is the creation of dense spatial packing of disperse phase particles. The values of the plasticity limit rational for extrusion are ensured if the filler particles have a size comparable to cement particles and multi-size gradation. The characteristics of the fillers are not decisive for the shape stability of the mixtures. **Conclusion.** The numerical criteria of fillers for design of 3D-printable mixtures have been substantiated, including mean average particle diameter, particle shape factor, particle distribution constant as a characteristic of the particle size gradation.

KEYWORDS: additive technologies, cement mixture, fillers, rheology, workability

ACKNOWLEDGEMENTS: The article was prepared as part of the state assignment of the Ministry of Education and Science of Russia in the field of science for the implementation of scientific projects by teams of scientific laboratories of educational institutions of higher education within the project "New materials and technologies for the construction of buildings, structures, and their elements using robotic additive systems" (No. FEWN-2023-0004).

FOR CITATION:
Slavcheva G.S., Solonina V.A., Razov I.O., Filipenko P.V., Orlov V.S. Rheological behavior of mixtures used in 3d-printing: ex-perimental evaluation of the effectiveness of criteria requirements for filler. *Nanotechnologies in construction.* 2024; 16(4): 310–319. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-310-319. – EDN: ISMLKK.

INTRODUCTION

The development of 3D-build printing creates the need for a wide range of mixtures on the market that meet the requirements of this technology. The efficiency of 3D-build printing is determined by a number of critical properties of mixtures such as plasticity for implementation of extrusion (extrudability), shape stability in multilayer casting (buildability), structural build up [1–4].

As a result of the accumulation of a number of experimental data, e.g. [5–19], a lot of different types of mixtures with the necessary technological properties for printing have been developed and successfully tested. The obtained mixtures are characterised by their multicomponent mix design, their compositions simultaneously using superplasticisers, viscosity modifiers, hydration process regulators, fillers and aggregates of different chemical and mineralogical composition and particle size.

© Slavcheva G.S., Solonina V.A., Razov I.O., Filipenko P.V., Orlov V.S., 2024

When designing mixtures, the role of binders, plasticisers and viscosity modifiers in regulating technological properties is theoretically justified and established experimentally [6–8, 10–11]. At the same time, the choice of fillers and the regulation of their concentration in the mixture compositions is based on an empirical approach [12–18]. When developing compositions, the filler content of a certain type is selected without defining the general requirements for their properties, which are necessary for a priori (before experience) determination of the applicability of a particular filler in 3D build printing and for determining the limits of its rational content.

The author's approach to the modelling and control of the rheological behavior of visco-plastic mixtures in 3D printing processes and the optimization of their mix design is based on the provisions of the structural rheology of disperse systems, the priority of whose theoretical foundation belongs to the Soviet school of physico-chemical mechanics [19–20]. On this basis, the main means of controlling the rheological behavior of viscoplastic mixtures considered as heterogeneous systems "disperse phase + dispersion medium" have been substantiated by author team [21]. The criteria requirements for the properties of fillers are theoretically justified and numerical criteria for their evaluation are proposed [22]. These criteria include average particle diameter d_c, particle shape factor k_s, particle distribution constant G_{pc}, which are proposed to be used for preliminary complex evaluation of fillers in the problems of mixture design.

This paper discusses the results of experimental evaluation of the effect of numerical filler criteria on the rheological behavior and properties of 3D printable mixtures.

MATERIALS AND METHODS

Five types of mixtures were investigated (Table 1). The parameters of mix composition such as cement: filler mass ratio, concentration and type of additives, fiber, W/C-ratio were kept constant because this parameters were established according to the results of the previous studies [23–24]. The variable factor in the mix composition was the size-geometry characteristics of the fillers. The mixtures on 4 types of fillers were studied such as aleuropelite (Al), fly ash (FA), crushed sand (CS), crushed limestone (CL). The characteristics of the mixture initial components are presented in Table 2.

Methods for evaluating filler properties. Scanning electron microscopy (SEM) was used to evaluate the shape of the particles. Imaging was performed on a Phenom XL scanning electron microscope (v_{acc} = 15 kV. P = 0.10 Pa). The images were processed using the ParticleMetric software in order to determine particle length *l* and width *b*. The average particle diameter and granulometric constant were calculated based on the data obtained on a laser particle size analyzer Analysette 22 Nano Tec.

The numerical filler criteria were calculated from the data obtained:

1) average particle diameter d_c

$$d_c = \frac{c_1 d_1 + c_2 d_2 + c_3 d_3 + \cdots + c_{i+1} d_{i+1}}{c_1 + c_2 + c_3 + \cdots + c_{i+1}}. \quad (1)$$

where c_i is partial residuals on sieves. %; d_1 is diameter taken as average for a certain interval (fraction). μm;

2) particle shape factor k_s, calculated as the arithmetic average of two linear sizes (length *l*. width *b*):

$$k_s = (l+b)/2. \quad (2)$$

3) particle distribution constant G_{pc} as characteristic of the particle size gradation:

$$G_{pc} = d_{60}/d_{10}, \quad (3)$$

where $d_{10}(d_{60})$ are diameters of particles. less than which the material contains 10% (60%) particles by weight. respectively.

Test parameters for evaluating the mixture rheological properties. The method of squeezing rheometry was used. The squeezing test were carried out on cylindrical samples of the fresh mixtures, the radius of which R, was equal to their height, h_0 = 25 mm. The specimens were moulded and tested immediately after the preparation of

Table 1
Mix composition

System ID	Viscosity modifier dosage, % mass cement		Superplasticizer dosage, % mass cement	Cement : filler mass ratio	Fiber dosage, % mass cement
	XG	SG			
C (reference)	0.2	0.2	0.2	1 : 1	0.3
C+Al	0.2	0.2			
C+FA	0.2	0.2			
C+CS	0.2	0.2			
C+CL	0.2	0.2			

Table 2
Materials characteristics

Material type	Brand	Characteristics
Cement (C)	CEM I 42.5R, "Sukholozhskcement branch of LLC SLK Cement"	C_3S – 61.7%. C_2S – 14.9%. C_3A– 5.6%. C_4AF – 12.6%
Superplasticizer (SP)	Sika®Visco Crete®20HE	Polycarboxylate ethers
Xanthan gum (XG)	FUFENG® 80. "Xinjiang Fufeng Biotechnologies Co", China.	$(C_{35}H_{49}O_{29})_n$ ~ 91%
Silicate glass (SG)	Liquid glass technical (according to GOST 13078-81), "NPO Silikat"	SiO_2 – 33.76%. Na_2O – 66.24%
Aleuropelite (Al)	Bigila deposit of the Ishim Formation, Tyumen Region	SiO_2 – 81%. $K[AlSi_3O_8]$ – 3%. $Na[AlSi_3O_8]$ – 10%. $PbSO_4$ – 3.1%
Fly ash (FA)	Reftinskaya HPP. Reftinsky settlement. Berezovsky town. Sverdlovsk region	SiO_2 – 60.0÷62.0%. Al_2O_3 – 29.0÷31.0%. Fe_2O_3 – 4.0÷5.0%. CaO+MgO – 1.5÷2.5%
Crushed sand (CS)	"Khrustalnaya Gora Khrustalnaya Quarry", Sverdlovsk region	SiO_2 ~ 98%
Crushed limestone (CL)	«MP-2». "Polevskoy Marble"	$CaCO_3$ ~ 95%
Fiber (F)	"C-Airlaid", Chelyabinsk	Polypropylene 100%, 12 mm in length, d = 20–25 μm.

the mixtures. For squeezing test, the specimen was placed between two smooth plates with a diameter corresponding to the specimen size and loaded into an INSTRON 3382 floor hydraulic testing system. Two loading modes were applied during the tests:

1) with a constant specimen deformation rate of 0.5 mm/s, modelling the visco-plastic flow of the mixture under dynamic conditions during extrusion (method of N. Roussel [26]);

2) with a constant load rate of 5 N/s, simulating the behavior of the mixure under static conditions of layer-by-layer casting (author's method). [22]).

As a result of squeezing tests, the rheological behavior of the mixtures was evaluated by analysis of experimental curves:

– "load N – relative change in specimen height h_i/R" obtained from constant specimen deformation rate tests;
– "load P – displacement Δ" obtained from constant load rate tests.

The curves "N – h_i/R" were obtained during the experiments were interpreted as influence curves of reduced compression load F* from a relative change of height of the sample h_i/R: ("F* – h_i/R"):

$$F_i^* = Nh_i/\pi R^2, \quad (1)$$

where $h_i = (h_0 - \Delta)$, h_0 is the initial height of the sample, Δ is transferred in the point of time, value R was taken as constant and equal to the radius of the sample at the beginning of the experiment.

The values of structural (σ_0) and plastic strength (σ_{pl}) of mixtures at the moments corresponding to the beginning of deformation (Δ = 0.1 mm) and the beginning of cracking of specimens were calculated from the obtained experimental "P–Δ" curves according to the formula:

$$\sigma = P/\pi R^2. \quad (2)$$

The following properties of the mixtures were determined to be suitable for 3D printing based on the test results:

– yield stress value $K_i(I)$ was calculated at the inflection point of the "F* – h_i/R" curves (h_i/R = 0.9):

$$K_i\left(h/R\right) = \frac{\sqrt{3}F^*}{2}; \quad (3)$$

– structural strength (σ_0) as the ability of the mixture to withstand the load without deformation;
– plastic strength (σ_{pl}) and relative plastic strains ($\Delta_{pl} = \Delta/h_0$) characterising the ability of the mixture to withstand load without cracking.

RESULTS

Size-geometry characteristics of the fillers. All types of fillers used are characterised by continuous gradation (Table 3, Fig. 1), which, as previously demonstrated [10, 27], is a necessary condition for ensuring the workability of 3D-printable mixtures according to the criteria of plasticity and shape stability. The particle distribution constant of the fillers is in the range of G_{pc} = 7.6–9.9.

Table 3
Particle size distribution

Particle size d, m	ω of particles, %				
	Aleuropelite	Fly ash	Crushed sand	Cement	Crushed limestone
⩽ 4	16.8	9.1	11.3	11.8	11.5
8	14.6	8.2	6.3	9.0	6.8
15	17.5	14.6	10.2	13.9	15.2
30	28.7	28.1	29.0	27.5	27.4
55	20.1	29.0	33.6	28.2	16.8
100	2.3	10.9	9.6	9.6	9.8

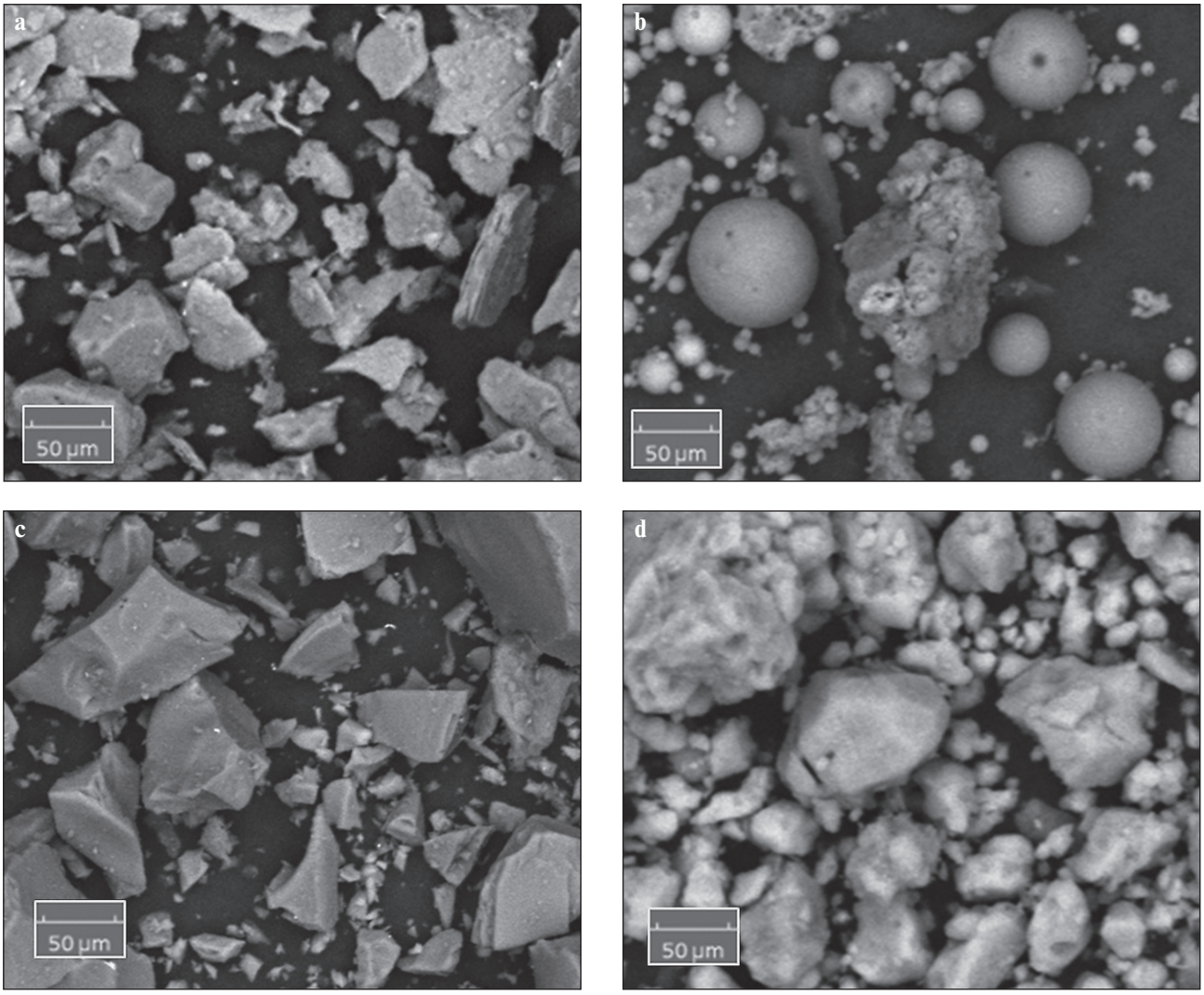


Fig. 1. **SEM-images of filler particles:** a) Aleuropelite; b) Fly ash; c) Crushed sand; d) Crushed limestone

Its value for Portland cement is in the same range (G_{pc} = 8.1) (Table 4).

The fillers differ significantly in shape and size. Flat particles of aleuropelite (Fig. 1a) are characterised by the shape factor k_s = 2.33. Spherical particles of fly ash (Fig. 1b) are characterised by the shape factor k_s = 1.05, while cubic particles of crushed sand and crushed limestone (Figs. 1c, d) are characterised by the value of k_s =

Table 4
Numerical criteria for the evaluation of fillers

Material type	Average particle diameter d_c, μm	Particle shape factor, k_s	Particle distribution constant, G_{pc}
Cement	22.6	1.52	8.1
Aleuropelite	17.5	2.33	8.1
Fly ash	26.5	1.05	7.6
Crushed sand	27.2	1.65	9.9
Crushed limestone	40.3	1.46	8.9

1.46–1.65, which is close to the value of the shape factor for Portland cement particles $k_s = 1.52$.

The average particle diameter of crushed sand and limestone is correlated with its value for Portland cement ($d_c = 22.6$ m). The average size particle of aleuropelite is 1.3 times smaller and average size particle of crushed limestone 2 times larger than size of Portland cement particle.

Rheological behavior of mixtures under squeezing. The plastic behavior of mixtures is characterised by the experimental curves "F* – h_i/R" (Fig. 2). The experimental curves obtained can be divided into two types. The first type has a plastic deformation section between two inflection points in the range of relative strains of the sample $0.6 \leqslant h_i/R \leqslant 0.9$, but no pronounced transitions between the curve sections are recorded.

Under the action of low squeezing stress the structure of viscoplastic mixtures remains stable ("placing phase" [26]). That is the first section of the experimental curves "F* – h_i/R" ($0.9 \leqslant h_i/R \leqslant 1.0$). When the stresses increase at the second section $0.6 \leqslant h_i/R \leqslant 0.9$, the system deforms plastically ("perfect plastic response phase" [26]). An increase in stress and intensification of flow in the third section are associated with complete destruction

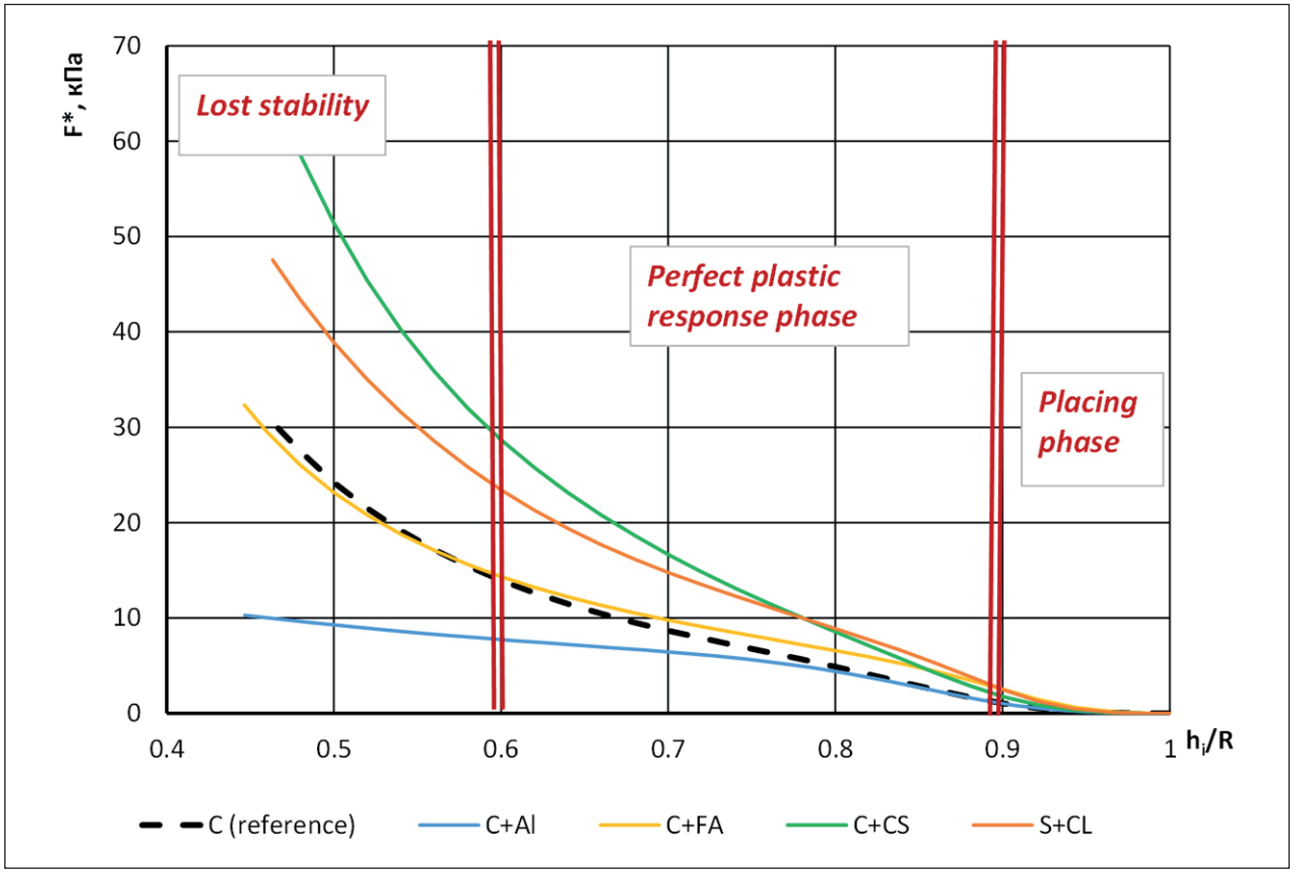


Fig. 2. **Tested 3D-printable mixtures "F* – h_i/R" curves**

Table 5
Rheological properties of 3D-printable mixtures

System ID	$K_i(I)$, кПа	σ_0, kPa	σ_{pl}, kPa	Δ_{pl}, mm/mm
C (reference)	2.14	0.45	21.1	0.07
C+Al	3.30	0.38	20.8	0.07
C+FA	3.83	0.44	23.1	0.07
C+CS	3.67	0.33	20.5	0.07
C+CL	5.27	0.32	19.6	0.05

of the visco-plastic structure ($0.6 \geqslant h_i/R$). The curves "F* – h_i/R" of this type are typical of all investigated mixtures, with the exception of the mixture containing aleuropelite. The presence of a horizontal section on the curves indicates the ability of viscoplastic systems to plastic deformation without destruction of the structure in a wide range of compressive stresses F* = 2.5 – 15 kPa. The value of plasticity limit estimation for these systems is $K_i(I)$ = 2.14 – 5.27 kPa (Table 5).

The reference system without fillers is characterised by the lowest value of the $K_i(I)$ = 2.14 kPa. When fillers are added, the yield stress value increases and the plasticity of the mixtures decreases. The system based on crashed limestone (C +CL) is characterised by the yield stress value $K_i(I)$ = 5.27 kPa, i.e. it is the most rigid.

The second inflection point in the curve "F* – h_i/R" at h_i/R = 0.6 for the system with aleuropelite filler (C+Al) is not fixed. This means that the structure of the viscoplastic mixture is irreversibly destroyed at the first moment of loading. As a result, it loses stability and becomes fluid. Such systems do not have the necessary viscoplastic properties and stability for extrusion.

The shape stability of the mixtures was evaluated by the results of the analysis of the curves "load P – displacement Δ" (Fig. 3), which shows that all the investigated systems have similar values of structural strength σ_0 = = 0.32–0.45 kPa and plastic strength σ_{pl} = 19.6–23.1 kPa (see Table 5). All systems are characterised by minimal plastic deformation (Δ_{pl} < 0.07 mm/mm) under load.

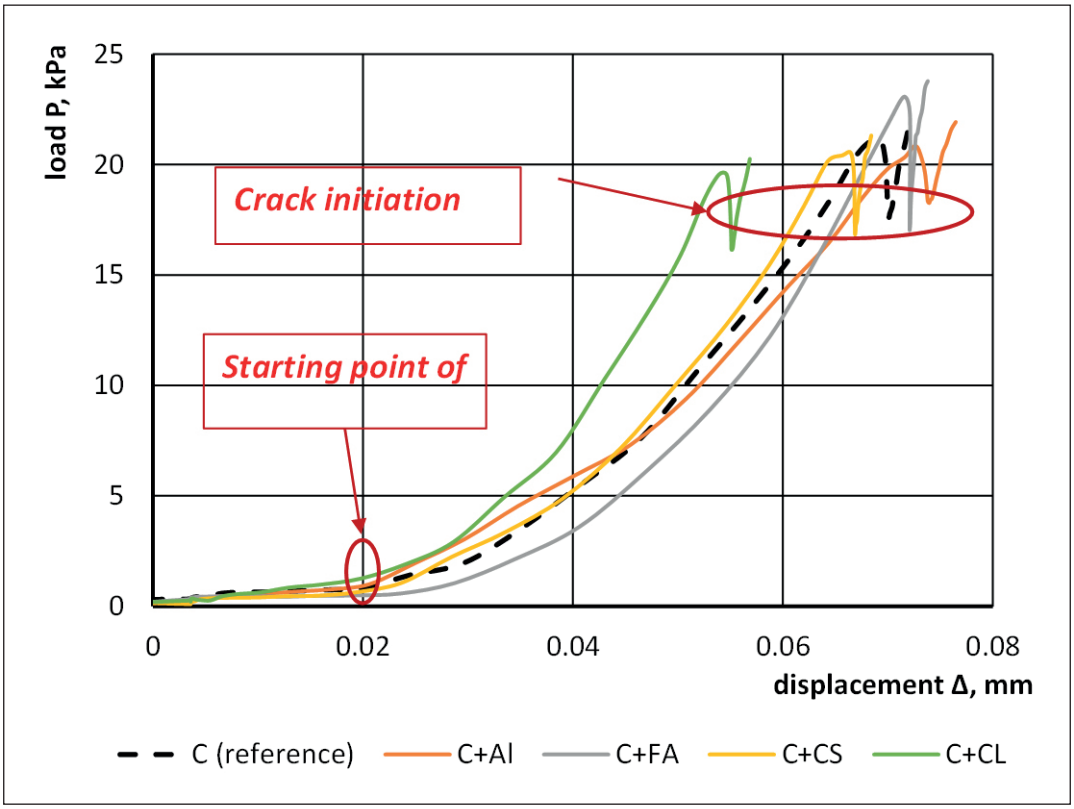


Fig. 3. **Tested 3D-printable mixtures "load P – displacement Δ" curves**

The system C+CL shows the lowest values of structural σ_0 and plastic σ_{pl} strength, and the lowest plastic strains Δ_{pl} (see Table 3, Fig. 3). As a result, the interval between the first crack appearance and fracture is reduced, which indicates the lower stability of the system to the load.

DISCISSION

By evaluating the effectiveness of the influence of numerical filler criteria on the rheological behavior and properties of 3D printable mixtures, it was possible to establish that.

In experimental conditions modelling the visco-plastic flow of mixtures during extrusion (under dynamic conditions), the main factor in ensuring their necessary plasticity and aggregation stability is the kinetic factor, associated with the ability of the dispersed phase to float in the dispersion medium and counteract the kinetic energy of external forces and gravity. This requires maintaining a certain critical size of the dispersed phase particles and their high packing density.

This theoretical position is supported by the experimental results. It was found that the most significant factor in regulating the rheological behavior and plasticity parameters of the mixturess is the filler particles size (Fig. 4). The yield stress value $K_i(I)$ increases by 1.7 times and the plastic deformations decrease by 1.4 times when the average size of the filler increases in the range d_c = 17.5–40.3 μm. That is to say, there is a directly proportional dependence of the decrease in plasticity of the system with increasing filler

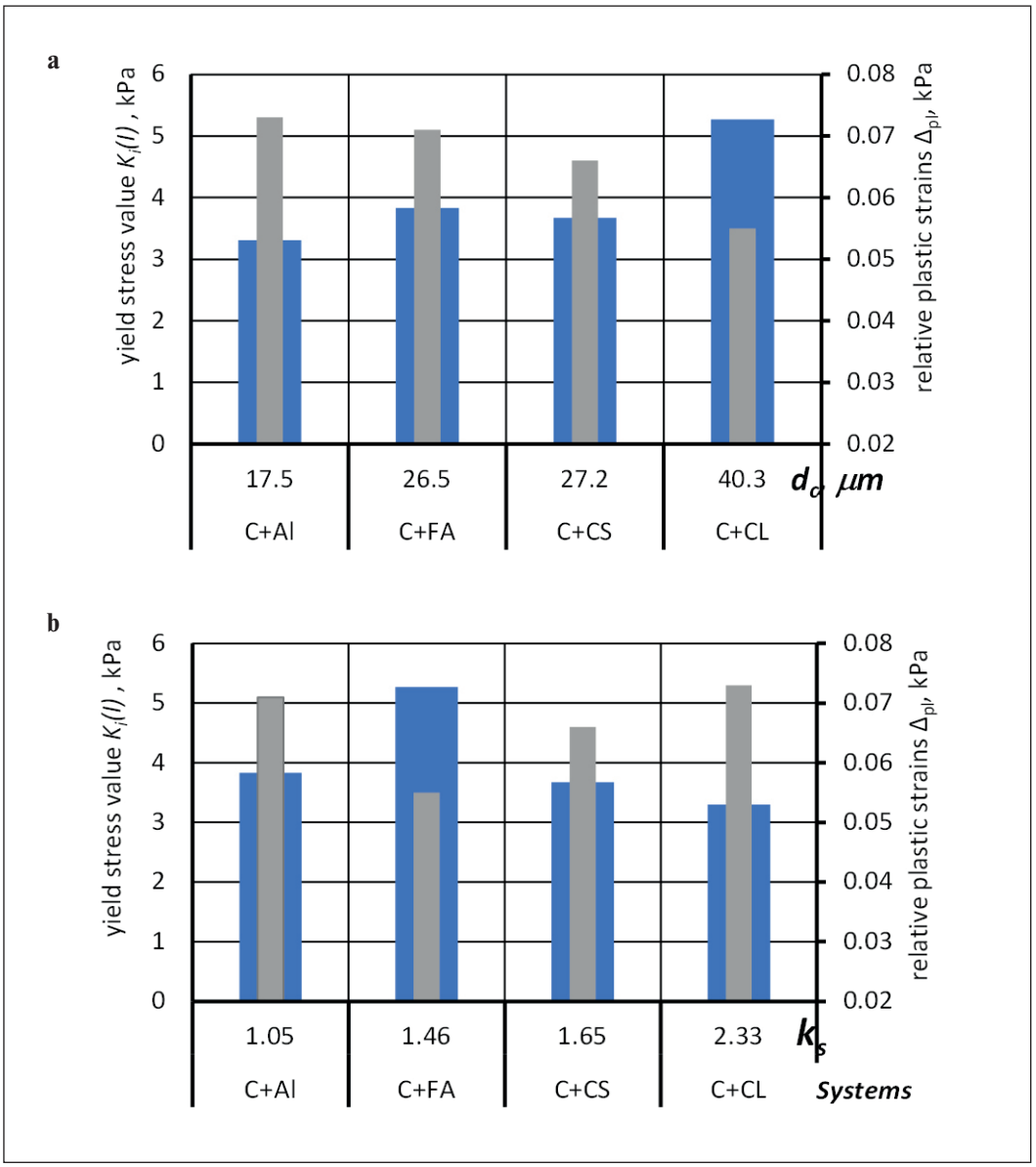


Fig. 4. **Influence of filler particle size (a) and shape (b) on 3D-printable mixtures plasticity**

particle size. It is important to emphasise that the ratio of binder (cement) to filler particle size is the determining factor. The systems C+Al, C+FA, C+CS, in which the average filler particle diameter is smaller than or approximately equal to the average cement particle diameter (d_c = 22.6 μm), are characterised by an increase in the yield stress value compared to the reference system without fillers was 1.5–1.7 times, and of 2.6 times for the system C+CL (d_c = 40.3 μm) it was 2.6 times.

No clear patterns of filler shape influence on the rheological behavior and plasticity of the mixtures were found (see Fig. 4a).

From this it can be concluded that the rheological behavior of mixtures, their plasticity and structural stability under dynamic extrusion conditions is mainly determined by the size and shape of the dispersed phase particles. A necessary condition for the plasticity and aggregation stability of mixtures is the creation of a dense spatial packing of the dispersed phase particles. This is achieved when the filler particles are of a size and multi-size gradation comparable to that of the cement particles.

It has been shown that the rheological behavior and the shape stability of the mixtures are practically independent of the size and shape of the filler particles by simulating the behavior of the mixture under static conditions of layer-by-layer casting. The behavior of heterogeneous microdisperse systems (particle size d ~ 1 100 μm [21]) under static conditions, such as those studied, is determined by the action of gravitational forces (sedimentation factor) and forces of internal interactions (surface phenomena, contact interactions). Particles assemble into spatial structures when the field of action of these forces is equivalent to that of gravity.

The main factor in the stability of the visco-plastic structure under these conditions is hydrodynamic, which determines its dependence on the density and viscosity of the dispersion medium. Their increase reduces the mobility of the disperse phase particles in the dispersion medium and increases the stability of the system. These parameters for the investigated systems were optimised on the basis of previous studies by introducing a complex viscosity modifier "xanthan gum + liquid glass" in an optimal dosage. In this case, the liquid glass, due to its chemical nature, favours the modification of the ionic composition and the viscosity of the dispersion medium, while the xanthan gum particles increase its viscosity and density. As a result, the main factor determining the rheological behavior of mixtures and their shape stability under static conditions of layer-by-layer casting are the properties of the dispersion medium, regulated by the type and concentration of viscosity modifiers.

Therefore, within the design of 3D printable mixtures, the main criteria of fillers are the particle distribution constant G_{pc}, which characterises the filler particle size gradation, and the average particle diameter d_c.

CONCLUSION

The workability of 3D-printable mixtures is determined by their plasticity and structural stability under load during extrusion and layer-by-layer casting.

It has been found that, the creation of a dense spatial packing of disperse phase particles is a necessary condition for the plasticity and aggregation stability of mixtures under dynamic extrusion conditions. Within the design of 3D printable mixtures, the most important properties of fillers have been established:

– the average diameter of filler particles dc, which should not exceed the average diameter of cement particles;
– the particle distribution constant G_{pc}, which characterises the particle size distribution. The rational range of it value G_{pc} = 7.5–10 corresponds to the multi-size gradation of the filler particle.

The properties of the fillers are not decisive for the shape stability of the mixtures under the static conditions of layer-by-layer casting. The primary factor is the properties of the liquid phase (dispersion medium), which is regulated by the type and dosage of viscosity modifiers.

REFERENCES

1. Perrot A. et al. From analytical methods to numerical simulations: A process engineering toolbox for 3D concrete printing. Cement and Concrete Composites. 2021; 122: 104164. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104164

2. Rehman A.U., Kim J. H.3d concrete printing: A systematic review of rheology. mix designs. mechanical. microstructural. and durability characteristics. Materials. 2021; 14(14): 3800. https://doi.org/10.3390/ma14143800

3. Lu B., Weng Y., Li M., Qian Y. Leong K.F., Tan M. J. Qian S. A systematical review of 3D printable cementitious materials. Construction and Building Materials. 2019; 207: 477–490. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.1441

4. Ngo T.D., Kashani A., Imbalzano G., et al. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials. methods. applications and challenges. Composites Part B: Engineering. 2018; 143:103 – 110.

5. Park C., Noh M., Park T. Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures. Cement and Concrete Research. 2005; 35: 842 – 849.
6. S.C., Tay Y.W.D., Panda.B., Tan M.J. Fresh and hardened properties of 3D printable cementitious materials for building and construction. Archives of Civil and Mechanical Engineering. 2018; 18(1): 311 – 319. https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.02.008
7. Varela H., Barluenga G., Palomar I. Rheology Evaluation of Cement Paste with Nanoclays. Nanosilica and Polymeric Admixtures for Digital Fabrication. RILEM Bookseries. 2020; 28: 144 – 152. 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49916-7_15
8. Varela H., Barluenga G., Palomar I. Influence of nanoclays on flowability and rheology of SCC pastes. Construction and Building Materials. 2020; 243: 118285. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118285
9. Kawashima S., Chaouche M., Corr D.J., Shah S.P. Rate of thixotropic rebuilding of cement pastes modified with highly purified attapulgite clays. Cement and Concrete Research. 2013; 53: 112 – 118. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.05.019
10. Liu Z., Li M., Weng Y., Wong T. N., Tan M. J. Mixture Design Approach to optimize the rheological properties of the material used in 3D cementitious material printing. Construction and Building Materials. 2019; 198: 245 – 255. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.252
11. Jiao D., Shi C., Yuan Q., An X., Liu Y., Li H. Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review. Construction and Building Materials. 2017; 83: 146–159.
12. Ma G., Li Z., Wang L. Printable properties of cementitious material containing copper tailings for extrusion based 3D printing. Construction and Building Materials. 2018. 16: 613 – 627. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.051
13. Kazemian A., Yuan X., Cochran E. et al. Cementitious materials for construction-scale 3D printing: Laboratory testing of fresh printing mixture. Construction and Building Materials. 2017;145: 639–647.
14. Chen Y., Zhang Y., Pang B., Liu Z., Liu G. Extrusion-based 3D printing concrete with coarse aggregate: Printability and direction-dependent mechanical performance. Construction and Building Materials. 2021; 296: 123624. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123624
15. Bai G., Wang L., Ma G., Sanjayan J., Bai M. 3D printing eco-friendly concrete containing under-utilised and waste solids as aggregates. Cement and Concrete Composites. 2021; 120: 104037. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104037
16. Álvarez-Fernández M.I., Prendes-Gero M.B., González-Nicieza C., Guerrero-Miguel D. J., Martínez-Martínez J.E. Optimum mix design for 3D concrete printing using mining tailings: A case study in Spain. Sustainability. 2021; 13(3): 1 – 14. https://doi.org/10.3390/su13031568
17. Ting G.H.A., Tay Y.W.D., Qian Y., Tan M.J. Utilization of recycled glass for 3D concrete printing: rheological and mechanical properties. Journal of Material Cycles and Waste Management. 2019; 29: 00857. https://doi.org/10.1007/s10163-019-00857-x
18. Panda B., Ruan S., Unluer C., Tan M.J. Improving the 3D printability of high-volume fly ash mixtures via the use of nano attapulgite clay. Composites Part B Engineering. 2019; 165: 75 – 83.
19. Kruglitsky N.N. Essays on physical and chemical mechanics. Naukova Dumka: Kyiv; 1988.
20. Uriev N.B. Physico-chemical dynamics of structured nano-dispersed systems and nano-dispersed composite materials. Part 1. Physical chemistry of surfaces and protection of materials. 2010; 46(1): 3 – 23. (In Russian).
21. Slavcheva G.S., Artamonova O.V. The rheological behavior of disperse systems for building 3D printing: the problem of management and possibility of «nano» tools // Nanotechnologies in Construction. 2018; 10(3):107 – 122. (In Russian).
22. Slavcheva G.S., Razov I.O., Solonina V.A., Panchenko Y.F. Justification of the criteria requirements for fillers in mixtures for 3D construction printing. Nanotechnologies in construction. 2023; 15(4): 310–318. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-4-310-318. – EDN: IFTQOV.
23. Slavcheva G.S., Solonina V.A., Panchenko Yu.F., Orlov V.S., Filipenko P.V. Filler type influence on 3d-printable. mixtures fresh properties. Izvestiya vuzov. Stroitel'stvo [News of Higher Educational Institutions. Construction]. 2023; (12): 37–51. (In Russian).
24. Slavcheva G.S., Solonina V.A., Panchenko Yu.F., Orlov V.S., Filipenko P.V. Effect of aleuropelite content on fresh and hardened properties of 3D-printable multi-binder composites. Construction of Unique Buildings and Structures. 2023; (109): 10909.
25. Toutou Z., Roussel N., Lanos C. The squeezing test: A tool to identify firm cement-based material's rheological behavior and evaluate their extrusion ability. Cement and Concrete Research. 2005: 35(10): 1891–1899. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.09.007

26. Slavcheva G., Artamonova O., Babenko D., Ibryaeva A. Effect of Limestone Filler Dosage and Granulometry on the 3D printable Mixture Rheology. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. V International Conference Safety Problems of Civil Engineering Critical Infrastructures. 2020; 972: 012042. https://doi.org/10.1088/1757-899X/972/1/012042

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Galina Stanislavovna Slavcheva – Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia, gslavcheva@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0001-8800-2657

Valentina Anatolievna Solonina – Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia, soloninava@tyuiu.ru, https://orcid.org/0000-0002-0873-627X

Igor Olegovich Razov– Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia, razovio@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4829-7080

Pavel Vasilievich Filipenko – junior researcher, postgraduate student, Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia, filipenkopv@tyuiu.ru, https://orcid.org/0009-0005-4748-262X

Victor Sergeevich Orlov – junior researcher, Industrial University of Tyumen, Tyumen, Russia, e-mail: orlovvs1@tyuiu.ru, https://orcid.org/0000-0001-5583-6989

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

Galina S. Slavcheva – scientific leadership; research concept; development of methodology and research methods; scientific editing of the article.

Valentina A. Solonina– conducting experimental studies; analysis of experimental data; drawings for the article.

Igor O. Razov – mathematical description, performance of analytical calculations.

Pavel V. Filipenko – experimental studies**.**

Viktor S. Orlov – experimental studies**.**

The authors declare no conflicts of interests.

The article was submitted 25.06.2024; approved after reviewing 02.08.2024; accepted for publication 12.08.2024.

СТРОИТЕЛЬНОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Обзорная статья
УДК 666.9.03
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-310-319

CC BY 4.0

Реологическое поведение смесей для строительной 3d-печати: экспериментальная оценка эффективности критериальных требований к наполнителям

Галина Станиславовна Славчева*, **Валентина Анатольевна Солонина**, **Игорь Олегович Разов**, **Павел Васильевич Филипенко**, **Виктор Сергеевич Орлов**

Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия

* Автор, ответственный за переписку: e-mail: gslavcheva@yandex.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. Для решения задачи проектирования составов смесей для строительных аддитивных технологий в работе представлены результаты экспериментальных исследований реологического поведения и технологических характеристик (пластичности и формоустойчивости) цементных смесей на различных видах наполнителей, отличающихся размерно-геометрическими характеристиками. **Методы и материалы.** Исследования реологических характеристик цементных смесей проводились методами сдавливающей реометрии. Для оценки пластичности использовался режим нагружения с постоянной скоростью деформирования 5 мм/с, для оценки формоустойчивости – режим постоянной нагрузки 5 Н/с. Для оценки характеристик размерно-геометрических частиц цемента и наполнителей использовали метод сканирующей электронной микроскопии (Phenom XL), обработка изображений для определения длины *l* и ширины *b* частиц производилась с помощью программного обеспечения «ParticleMetric». Дисперсность и гранулометрический состав наполнителей оценивали на лазерном анализаторе размера частиц «Анализетте 22». **Результаты и обсуждения.** Установлено, что необходимым условием обеспечения пластичности и устойчивости смесей является создание плотной пространственной упаковки частиц дисперсной фазы. Рациональные для экструзии значения предела пластичности обеспечиваются в том случае, если частицы наполнителя имеют сопоставимый с зернами цемента размер и полифракционную гранулометрию. Характеристики наполнителей не являются определяющими для обеспечения формоустойчивости смесей. **Заключение.** Обоснованы критериальные характеристики наполнителей для проектирования составов, к которым отнесены средний диаметр частиц наполнителей, грануло-метрическая константа, характеризующая характер распределения частиц по размерам.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: аддитивные технологии, цементные смеси, наполнители, реология, технологические свойства

БЛАГОДАРНОСТИ: Статья подготовлена в рамках реализации государственного задания Минобрнауки России в сфере науки на выполнение научных проектов, реализуемых коллективами научных лабораторий образовательных организаций высшего образования по проекту «Новые материалы и технологии возведения зданий, сооружений и их элементов с применением роботизированных аддитивных систем» (№ FEWN-2023-0004).

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Славчева Г.С., Солонина В.А., Разов И.О., Филипенко П.В., Орлов В.С. Реологическое поведение смесей для строительной 3d-печати: экспериментальная оценка эффективности критериальных требований к наполнителям // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 310–319. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-310-319. – EDN: ISMLKK.

ВВЕДЕНИЕ

Развитие строительной практики технологии 3D-печати создает потребность в наличии на рынке широкой номенклатуры смесей, удовлетворяющих требованиям данной технологии. Эффективность и технологичность строительной 3D-печати определяется совокупностью критериальных характеристик смесей: пластичности для реализации процесса экструзии (extrudability), формоустойчивости при укладке слоев (buildability), скорости структурообразования и твердения (structural build up) [1–4].

В результате накопления массива экспериментальной информации, например [5–19], разработаны

© Славчева Г.С., Солонина В.А., Разов И.О., Филипенко П.В., Орлов В.С., 2024

и успешно апробированы десятки разновидностей составов смесей, которые имеют необходимые для печати технологические характеристики. Полученные смеси характеризуются многокомпонентностью, в их составах одновременно используются суперпластификаторы, модификаторы вязкости, регуляторы структурообразования, наполнители и заполнители различного химико-минералогического состава и дисперсности. При проектировании составов смесей роли связующего, пластификаторов и модификаторов вязкости в регулировании технологических характеристик теоретически обоснованы и однозначно установлены экспериментально [6–8, 10–11]. При этом выбор наполнителей и регулирование их концентрации в составе смесей базируется на эмпирическом подходе [12–19]. При разработке составов производится подбор дозировок наполнителей какого-либо конкретного вида без определения общих требований к их характеристикам, необходимых для априорного (до опыта) определения применимости того или иного наполнителя в технологии 3D-печати, определения границ его рациональных дозировок.

Авторский подход к моделированию и управлению реологическим поведением вязко-пластичных смесей в процессах 3D-печати и оптимизации их составов основан на положениях структурной реологии дисперсных систем, приоритет теоретического обоснования которых принадлежит советской школе физико-химической механики [20–21]. Исходя из этого, нами в работе [22] обоснованы основные средства управления реологическим поведением вязкопластичных смесей, рассматриваемых как гетерогенные системы «дисперсная фаза + дисперсионная среда». В работе [23] теоретически обоснованы критериальные требования к характеристикам наполнителей, предложены численные критерии их оценки. К ним отнесены средний диаметр частиц d_c, коэффициент формы частиц $k_ф$, гранулометрическая константа частиц $Г_{кч}$, которые предложено применять для предварительной комплексной оценки наполнителей в задачах проектирования составов смесей.

Данная статья посвящена обсуждению результатов экспериментальной оценки эффективности влияния критериальных характеристик наполнителей на реологическое поведение и свойства смесей для 3D-печати.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Исследовались 5 типов смесей (табл. 1). В составах смесей соблюдалось постоянство массовых соотношений цемент : наполнитель (Ц : Н), концентрации добавок и вида добавок, фиброволокна, величины В/Ц, которые оптимизированы по результатам предыдущего этапа исследований [24–25].

Исследованы смеси на 4 видах наполнителей: алевропелите (Ал), золе уноса (ЗУ), молотом кварце (Кв), известняковой муке (ИМ). Варьируемым фактором являлись размерно-геометрические характеристики наполнителей. Характеристика исходных компонентов смесей представлена в табл. 2.

Методы оценки характеристик наполнителей. Для оценки формы частиц использовали метод сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), съемка производилась на сканирующем электронном микроскопе марки Phenom XL ($v_{уск}$ = 15 кВ, P = 0.10 Па). Обработка изображений для определения длины l и ширины b частиц производилась с помощью программного обеспечения «ParticleMetric». Дисперсность и гранулометрический состав наполнителей оценивали на лазерном анализаторе размера частиц «Анализетте 22» модели Nano Tec.

По полученным данным рассчитывались следующие критериальные характеристики наполнителей:

1) средний диаметр частиц, d_c

$$d_c = \frac{c_1 d_1 + c_2 d_2 + c_3 d_3 + \cdots + c_{i+1} d_{i+1}}{c_1 + c_2 + c_3 + \cdots + c_{i+1}}, \qquad (1)$$

где c_i – частные остатки на ситах, %; d_1 – диаметр, принимаемый за средний для данного интервала (фракции), мкм.

Таблица 1
Характеристика составов смесей

Система	(ДМ), % от массы Ц		СП, % от массы Ц	Соотношение по массе Ц : Н	Дозировка волокна (ВЛ), % от массы Ц
	КМ	ЖС			
Ц (эталон)	0,2	0,2	0,2	1 : 1	0,3
Ц+Ал	0,2	0,2			
Ц+ЗУ	0,2	0,2			
Ц+Кв	0,2	0,2			
Ц+ИМ	0,2	0,2			

Таблица 2
Характеристика сырьевых компонентов

Вид компонента	Марка, производитель	Характеристика
Цемент (Ц)	ЦЕМ I 42.5Н, филиал «Сухоложскцемент» ООО «СЛК Цемент»	C_3S – 61,7%, C_2S – 14,9%, C_3A– 5,6%, C_4AF – 12,6%
Суперпластификатор (СП)	Sika®Visco Crete®20HE	Поликарбоксилатные эфиры 100%
Камедь ксантановая (КМ)	FUFENG®80, Xinjiang Fufeng Biotechnologies Co.	$(C_{35}H_{49}O_{29})_n$ ~ 91%
Жидкое стекло (ЖС)	Техническое (ГОСТ 13078-81), «НПО «Силикат»»	SiO_2 – 33,76%, Na_2O – 66,24%
Алевопелит (Ал)	Месторождение Бигила ишимской свиты Тюменской обл.	SiO_2 – 81%, $K[AlSi_3O_8]$ – 3%, $Na[AlSi_3O_8]$ – 10%, $PbSO_4$ – 3,1%
Зола уноса (ЗУ)	Рефтинская ГРЭС, п. Рефтинский, г. Березовский, Свердловской обл.	SiO_2 – 60,0÷62,0%, Al_2O_3 – 29,0÷31,0%, Fe_2O_3 – 4,0÷5,0%, CaO+MgO – 1,5÷2,5%
Молотый кварц (Кв)	ЗАО «Карьер «Гора Хрустальная»», Свердловская обл.	SiO_2 ~ 98%
Известняковая мука (ИМ)	«МП-2», ООО «Полевской Мрамор»	$CaCO_3$ ~ 95%
Фиброволокно	ООО «Си-Айрлайд», г. Челябинск	Полипропилен 100%, длина 12 мм, диаметр 20 – 25 мкм

2) коэффициент формы частиц, $k_ф$. Рассчитывается как среднее арифметическое двух линейных размеров (длины *l*, ширины *b)*:

$$k_ф = (l+b)/2. \quad (2)$$

3) гранулометрическая константа частиц $Г_{кч}$, характеризующая степень неоднородности гранулометрического состава материала:

$$Г_{кч} = d_{60}/d_{10}, \quad (3)$$

где $d_{10}(d_{60})$ – диаметры частиц, меньше которых в материале содержится 10% (60%) частиц по массе соответственно.

Методика оценки реологических характеристик смесей. Использовался метод сдавливающей реометрии. При реализации экспериментов использовались цилиндрические образцы смесей, радиус которых *R* был равен их высоте $h_0 = 25$ мм. Формование образцов и испытание проводилось непосредственно после изготовления смесей. Для проведения сдавливающих тестов образец помещался между двумя гладкими пластинами, диаметр которых соответствовал размеру образца, и загружался в напольную гидравлическую испытательную систему «INSTRON 3382». В процессе испытаний реализовано два режима нагружения:

1) с постоянной скоростью деформирования образца 0,5 мм/с, моделирующее вязко-пластическое течение смеси при экструзии в динамических условиях (метод N. Roussel'я [26]);
2) с постоянной скоростью действия нагрузки 5 Н/с, моделирующее поведение смеси в статических условиях послойной укладки (авторский метод [22]).

В ходе проводимых сдавливающих тестов реологическое поведение смесей оценивалось по результатам анализа экспериментальных кривых:

– «нагрузка *N* – относительное изменение высоты образца h_i/R» получаемых при испытаниях с постоянной скоростью деформирования;
– «нагрузка *P* – перемещение Δ» получаемых при испытаниях с постоянной скоростью нагружения образца.

Кривые «*N* – h_i/R» интерпретировались в виде кривых «приведенная нагрузка F*– относительное изменение высоты образца h_i/R» («F* – h_i/R»). Приведенная нагрузка F* рассчитывалась по формуле:

$$F_i^* = Nh_i/\pi R^2, \quad (1)$$

где N – нагрузка, $h_i = (h_0 - Δ)$, h_0 – начальная высота образца, Δ – перемещение в i-тый момент времени, величина R принималась постоянной и равной радиусу образца в начале испытания.

По полученным экспериментальным кривым, «нагрузка σ – перемещение Δ» рассчитывались значения структурной ($σ_0$) и пластической прочности ($σ_{pl}$) смесей в моменты, соответствующие началу

деформирования ($\Delta = 0{,}1$ мм) и началу трещинообразования образцов по формуле:

$$\sigma = P/\pi R^2. \quad (2)$$

По результатам испытаний определялись реотехнологические свойства смесей, характеризующие их технологическую пригодность для 3D-печати строительных конструкций:

– предел пластичности $K_i(I)$, рассчитанный в первой точке перегиба ($h_i/R = 0{,}9$) экспериментальных кривых «$F^* - h_i/R$»:

$$K_i\left(h/R\right) = \frac{\sqrt{3}F^*}{2}; \quad (3)$$

– структурная прочность (σ_0) – способность смеси воспринимать нагрузку без деформирования;
– пластическая прочность (σ_{pl}) и относительные пластические деформации ($\Delta_{pl} = \Delta/h_0$), характеризующие способность смеси воспринимать нагрузку без трещинообразования.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Размерно-геометрические характеристики наполнителей. Все использованные виды наполнителей характеризуются полидисперсным составом (табл. 3, рис. 1), что, как ранее доказано [10,27], является необходимым условием обеспечения работоспособности смесей для 3D-печати по критериям пластичности и формоустойчивости. Гранулометрическая

Таблица 3
Гранулометрический состав материалов

Размер зерен, d, мкм	ω частиц, %				
	Алевропелит	Зола-уноса	Кварц молотый	Портландцемент	Известняковая мука
⩽ 4	16,8	9,1	11,3	11,8	11,5
8	14,6	8,2	6,3	9,0	6,8
15	17,5	14,6	10,2	13,9	15,2
30	28,7	28,1	29,0	27,5	27,4
55	20,1	29,0	33,6	28,2	16,8
100	2,3	10,9	9,6	9,6	9,8

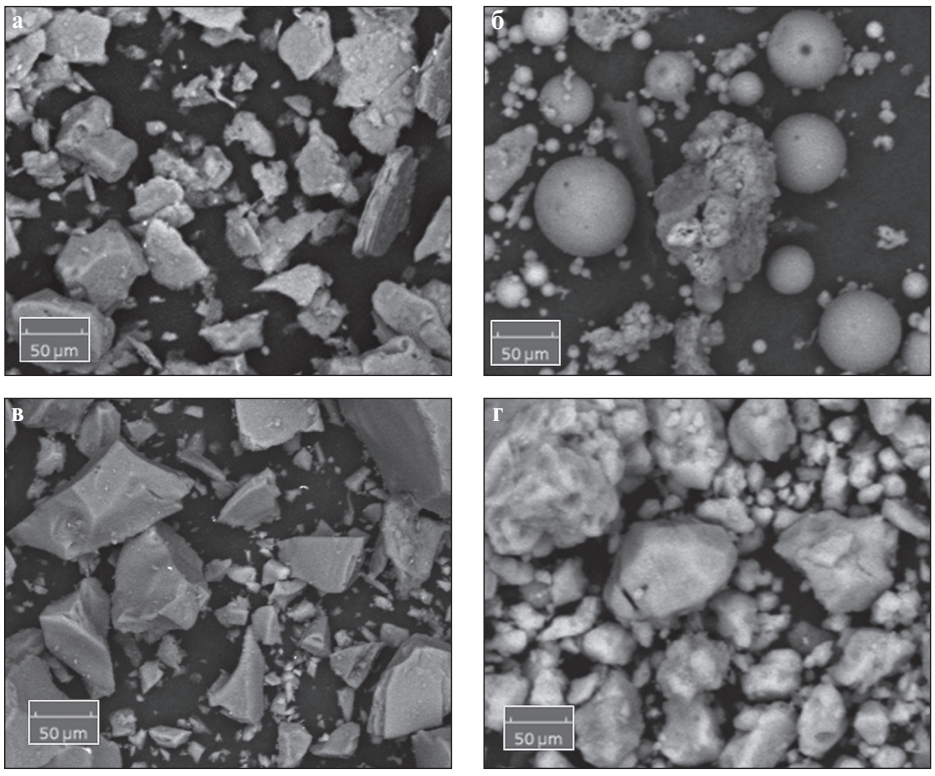


Рис. 1. **Микрофотографии дисперсных материалов:** а) алевропелит; б) зола-уноса; в) кварц молотый; г) известняковая мука

Таблица 4
Расчетные критериальные характеристики материалов

Наименование материалов	Средний диаметр частиц, d_c, мкм	Коэффициент формы частиц, $k_ф$	Гранулометрическая константа, $Г_{кч}$
Портландцемент	22,6	1,52	8,1
Алевропелит	17,5	2,33	8,1
Зола-уноса	26,5	1,05	7,6
Кварц молотый	27,2	1,65	9,9
Известняковая мука	40,3	1,46	8,9

константа наполнителей находится в диапазоне $Г_{кч}$ = 7,6–9,9, в этом же диапазоне находится ее значение для портландцемента ($Г_{кч}$ = 8,1) (табл. 4).

Наполнители существенно отличаются по форме и размеру. Плоские частицы алевропелита (рис. 1а) характеризуются коэффициентом формы $k_ф$ = 2,33. Сферические частицы золы (рис. 1б) характеризуются коэффициентом формы $k_ф$ = 1,05, близкие к кубическим частицы песка и известняковой муки (рис. 1в, г) – значением $k_ф$ = 1,46 – 1,65, что близко к значению данного показателя для частиц портландцемента $k_ф$ = 1,52.

Средний диаметр зерен песка и золы уноса соотносим с его значением для портландцемента (d_c = 22,6 мкм), для алевропелита средний размер зерен в 1,3 меньше, а для известняковой муки в 2 раза больше, чем для портландцемента.

Реологическое поведение смесей при сдавливании. Пластическое поведение смесей характеризуется экспериментальными кривыми «F* – h_i/R» (рис. 2). Полученные экспериментальные кривые можно разделить на два типа. Первый тип имеет участок пластического деформирования между двумя точками перегиба в диапазоне относительных деформаций

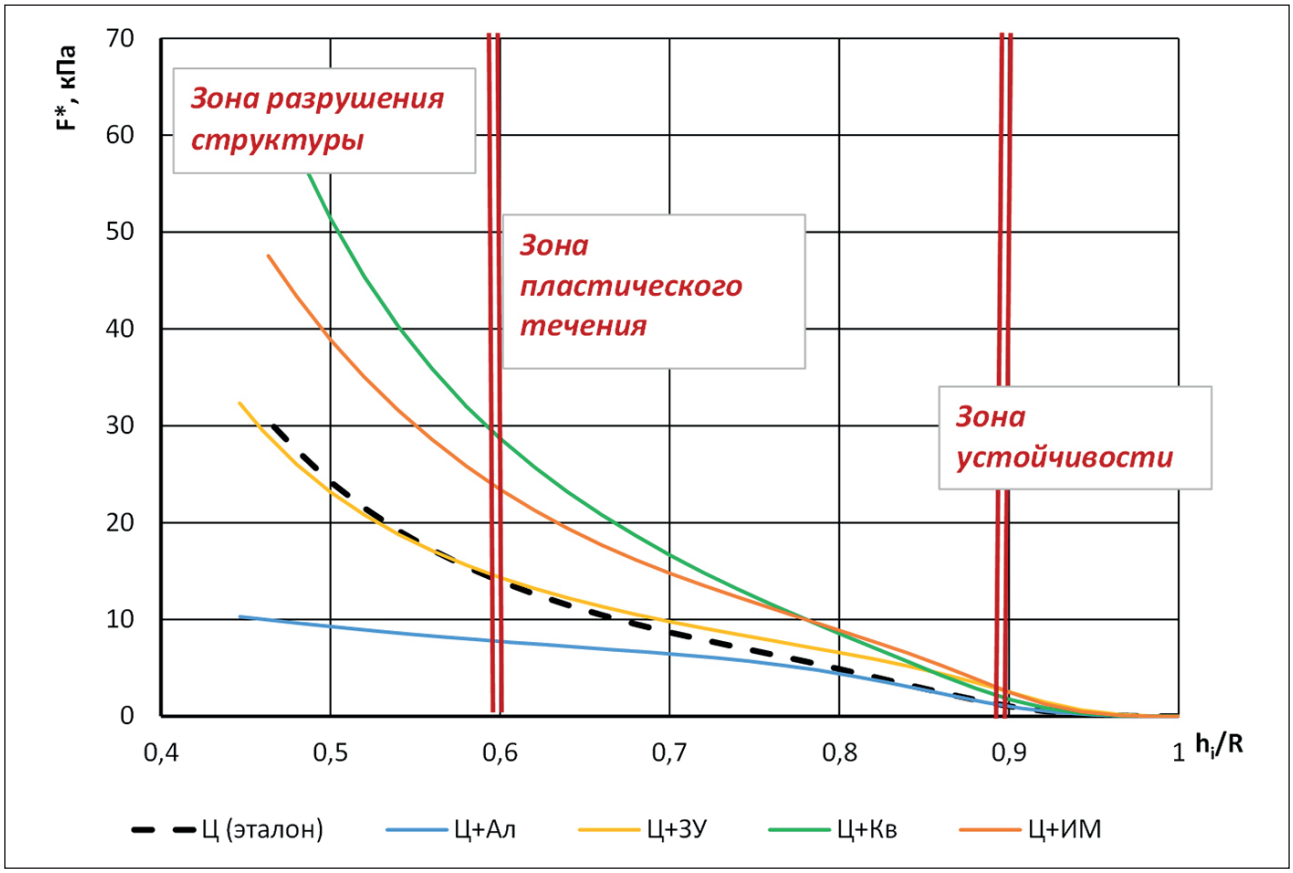


Рис. 2. **Экспериментальные кривые «F* – h_i/R» для цементных смесей**

образца $0.6 \leqslant h_i/R \leqslant 0.9$, но не фиксируются ярко выраженные переходы между участками кривой. При действии низких сжимающих напряжений структура вязкопластичных смесей сохраняет устойчивость («placing phase» [26]) – первый участок экспериментальных кривых «F* – h_i/R» ($0,9 \leqslant h_i/R \leqslant 1,0$). При возрастании напряжений на втором участке $0,6 \leqslant h_i/R \leqslant 0.9$ система пластически деформируется («perfect plaste response phase» [26]). Резкое возрастание нагрузки и интенсификация течения на третьем участке связаны с полным разрушением структуры вязко-пластичной смеси ($0.6 \geqslant h_i/R$). Кривые «F* – h_i/R» данного типа характерны для всех исследованных смесей, кроме смеси с алевропелитом. Наличие горизонтального участка на кривых свидетельствует о способности вязкопластичных систем к пластическому деформированию без разрушения структуры в широком диапазоне сдавливающих напряжений F* = 2,5 – 15 кПа. Значение оценки предела пластичности для данных систем составляет $K_i(I)$ = 2,14–5,27 кПа (табл. 5).

При этом для эталонной системы без наполнителей характерно наиболее низкое значение предела пластичности $K_i(I)$ = 2,14 кПа, при введении наполнителей значение данного показателя повышается, следовательно, пластичность смесей, напротив, снижается. Система на известняковой муке (Ц+ИМ) характеризуется значением $K_i(I)$ = 5,27 кПа, то есть является наиболее жесткой.

Для системы с алевропелитовым наполнителем (Ц+Ал) второй перегиб на кривой «F* – h_i/R» при $h_i/R \approx 0,6$ не фиксируется. Это значит, что структура вязко-пластичной смеси необратимо разрушается в начальный момент нагружения. В результате она теряет устойчивость, приобретает текучесть. Такие системы не обладают необходимыми упруго-вязкопластическими свойствами и устойчивостью для экструзии.

Показатели формоустойчивости смесей оценены по результатам анализа кривых «нагрузка σ – перемещение Δ» (рис. 3), который показывает, что все исследованные системы демонстрируют сходные значения структурной Σ_0 = 0,32–0,45 кПа и пластической Σ_{pl} = 19,6–23,1 кПа прочности (см. табл. 5). Для всех систем характерны минимальные пластические деформации ($\Delta_{пл} < 0,07$ мм/мм) при действии нагрузки.

Система (Ц+ИМ) проявляет наименьшие значения структурной и Σ_0 и пластической Σ_{pl} прочности и наименьшие пластические деформации Δ_{pl} (см. табл. 3, рис. 3). В результате сокращается промежуток между моментом появления первых трещин и разрушением, что говорит о снижении устойчивости системы к действию нагрузки.

ОБСУЖДЕНИЕ

Оценка эффективности влияния критериальных размерно-геометрических характеристик наполнителей на реологическое поведение и свойства смесей для 3D-печати позволила установить следующее.

В условиях эксперимента моделирующих вязкопластическое течение смесей при экструзии (в динамических условиях) основным фактором обеспечения их необходимой пластичности и агрегативной устойчивости является кинетический фактор, связанный со способностью дисперсной фазы находиться во взвешенном состоянии в дисперсионной среде и противодействовать кинетической энергии внешних сил и силам тяжести. Для этого необходимы сохранение определенного критического размера частиц дисперсной фазы, их высокая плотность упаковки.

Данное теоретическое положение подтверждается результатами эксперимента. Установлено, что наиболее значимым фактором регулирования реологического поведения и показателей пластичности смесей является размер частиц наполнителя (рис. 4). Предел пластичности $K_i(I)$ повышается в 1,7 раза, а пластические деформации снижаются в 1,4 раза при увеличении среднего размера зерен наполнителя в диапазоне d_c = 17,5–40,3 мкм. Иными словами,

Таблица 5
Реологические характеристики смесей для 3D-печати

Система	Предел пластичности $K_i(I)$, кПа	Прочность, кПа		Относительные пластические деформации Δ_{pl}, мм/мм
		структурная σ_0	пластическая σ_{pl}	
Ц (эталон)	2,14	0,45	21,1	0,07
Ц+Ал	3,30	0,38	20,8	0,07
Ц+ЗУ	3,83	0,44	23,1	0,07
Ц+Кв	3,67	0,33	20,5	0,07
Ц+ИМ	5,27	0,32	19,6	0,05

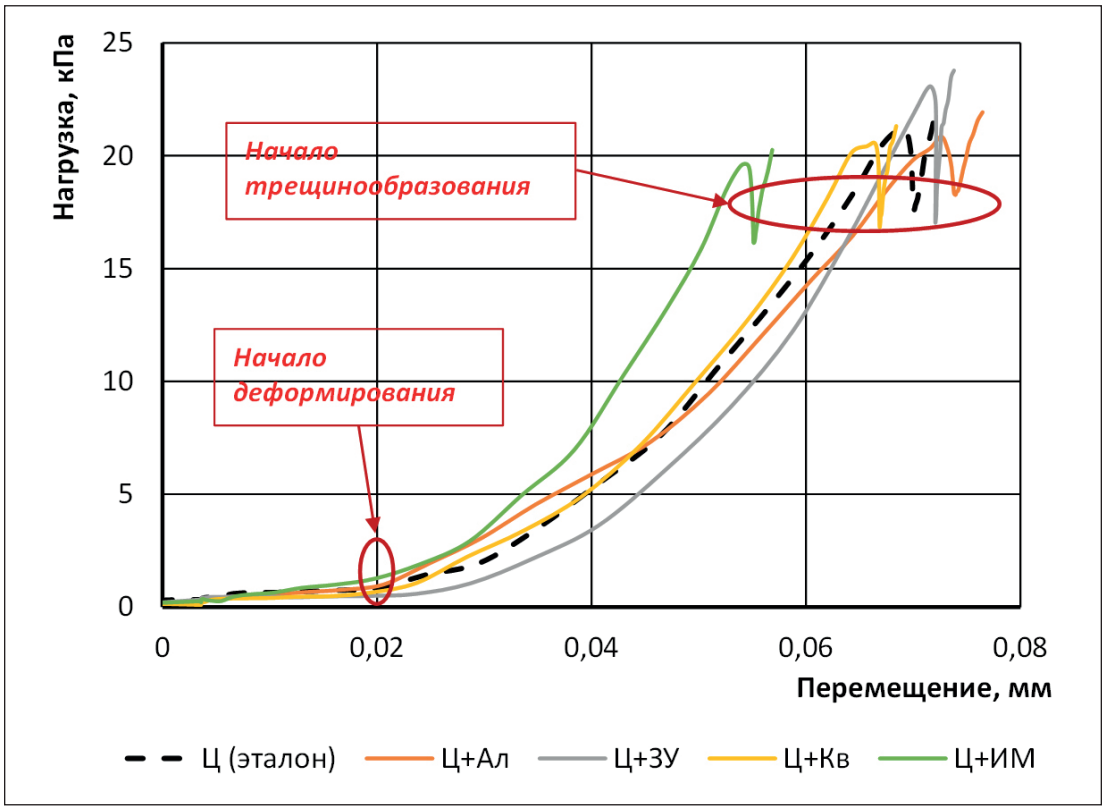


Рис. 3. **Экспериментальные кривые «нагрузка σ – перемещение Δ» для цементных смесей**

наблюдается прямо пропорциональная зависимость снижения пластичности системы при увеличении размера зерна наполнителя. Важно подчеркнуть, что определяющим является соотношение размера зерен вяжущего (цемента) и наполнителя. Для систем Ц+Ал, Ц+ЗУ, Ц+Кв, средний диаметр зерен наполнителей в которых меньше или примерно равен среднему диаметру зерен цемента (d_c = 22,6 мкм), повышение предела пластичности по отношению к эталонной системе без наполнителей составило 1,5–1,7 раза, а для системы Ц+ИМ (d_c = 40,3 мкм) – 2,6 раза.

Однозначных закономерностей влияния формы зерен наполнителя на реологическое поведение и пластичность смесей не выявлено (см. рис. 4а).

На основании этого можно заключить, что реологическое поведение смесей, их пластичность и устойчивость структуры в динамических условиях экструзии определяется главным образом размером и морфологией частиц дисперсной фазы. Необходимым условием обеспечения пластичности и агрегативной устойчивости смесей является создание плотной пространственной упаковки частиц дисперсной фазы. Это обеспечивается в том случае, если частицы наполнителя имеют сопоставимый с зернами цемента размер и полифракционную гранулометрию.

В условиях эксперимента, моделирующего поведение смеси в статических условиях послойной укладки, выявлено, что реологическое поведение и показатели формоустойчивости смесей практически не зависят от размера и формы частиц наполнителя. В статических условиях поведение гетерогенных микродисперсных систем (размер частиц d ~ 1 100 мкм [21]), к которым относятся исследованные смеси, определяется действием сил тяжести (фактор седиментации) и силами внутренних взаимодействий (поверхностных явлений, контактных взаимодействий). Частицы объединяются в пространственные структуры, если поле действия данных сил соизмеримо с силой тяжести. В этих условиях основным фактором устойчивости вязко-пластичной структуры к внешним воздействиям относится гидродинамический, определяющий ее зависимость от плотности и вязкости дисперсионной среды. При их увеличении снижается подвижность частиц дисперсной фазы в дисперсионной среде и возрастает устойчивость системы. Для исследованных систем данные показатели были оптимизированы на основании ранее проведенных исследований путем введения комплексного модификатора вязкости «камедь + жидкое стекло» в оптимальной дозировке. При этом жидкое стекло в силу своей химической природы способствует изменению ионного состава и вязкости дисперсионной

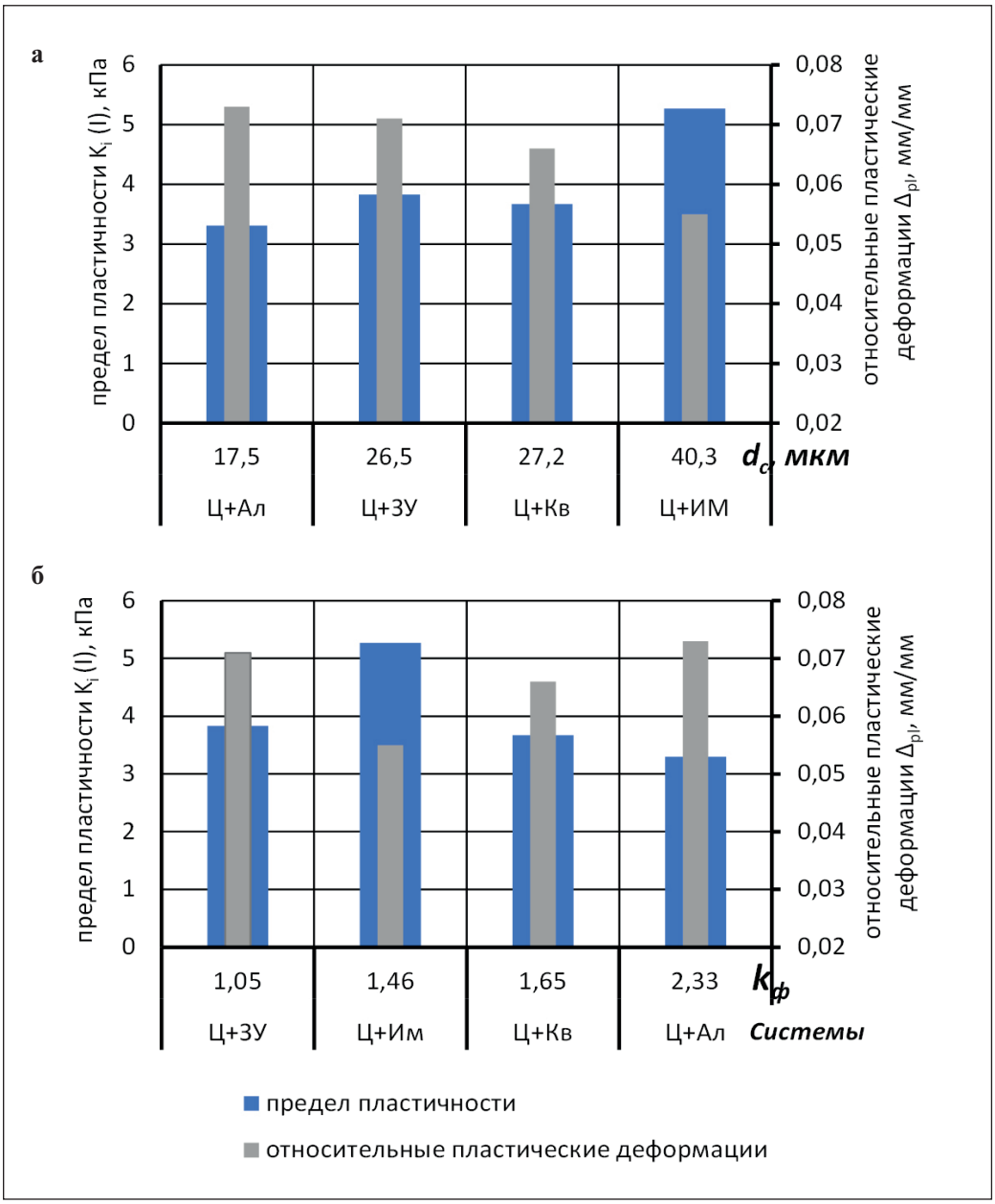


Рис. 4. **Влияние размера (а) и формы зерен наполнителя (б) на показатели пластичности цементных смесей**

среды, а частицы камеди – повышению ее вязкости и плотности. В результате, приоритетным фактором, определяющим реологическое поведение смесей и их формоустойчивость в статических условиях послойной укладки, являются свойства дисперсионной среды, регулируемые видом и концентрацией модификаторов вязкости.

Таким образом, при проектировании составов смесей для строительной 3D-печати приоритетными критериальными характеристиками наполнителей являются гранулометрическая константа Гкч, характеризующая характер распределения частиц по размерам, и средний диаметр частиц, d_c.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Работоспособность смесей в процессе 3D-печати при экструзии и послойной укладке определяется их пластичностью и агрегативной устойчивостью к внешним воздействиям.

Установлено, что в динамических условиях экструзии необходимым условием обеспечения пластичности и агрегативной устойчивости смесей является создание плотной пространственной упаковки частиц дисперсной фазы. При проектировании составов смесей приоритетными критериальными характеристиками наполнителей являются:

– средний диаметр частиц наполнителей d_c не должен превышать средний диаметр зерен цемента;
– гранулометрическая константа, характеризующая характер распределения частиц по размерам. Рациональный диапазон ее значений $Г_{кч} = 7{,}5–10$ соответствует полифракционному составу наполнителей.

В статических условиях послойной укладки характеристики наполнителей не являются определяющими для обеспечения формоустойчивости смесей. Приоритетным фактором ее обеспечения являются свойства жидкой фазы (дисперсионной среды), регулируемые видом и концентрацией модификаторов вязкости.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Perrot A. et al. From analytical methods to numerical simulations: A process engineering toolbox for 3D concrete printing. Cement and Concrete Composites. 2021; 122: 104164. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104164
2. Rehman A.U., Kim J. H.3d concrete printing: A systematic review of rheology. mix designs. mechanical. microstructural. and durability characteristics. Materials. 2021; 14(14): 3800. https://doi.org/10.3390/ma14143800
3. Lu B., Weng Y., Li M., Qian Y. Leong K.F., Tan M. J. Qian S. A systematical review of 3D printable cementitious materials. Construction and Building Materials. 2019; 207: 477–490. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.1441
4. Ngo T.D., Kashani A., Imbalzano G., et al. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials. methods. applications and challenges. Composites Part B: Engineering. 2018; 143:103 – 110.
5. Park C., Noh M., Park T. Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures. Cement and Concrete Research. 2005; 35: 842 – 849.
6. S.C., Tay Y.W.D., Panda.B., Tan M.J. Fresh and hardened properties of 3D printable cementitious materials for building and construction. Archives of Civil and Mechanical Engineering. 2018; 18(1): 311 – 319. https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.02.008
7. Varela H., Barluenga G., Palomar I. Rheology Evaluation of Cement Paste with Nanoclays. Nanosilica and Polymeric Admixtures for Digital Fabrication. RILEM Bookseries. 2020; 28: 144 – 152. 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49916-7_15
8. Varela H., Barluenga G., Palomar I. Influence of nanoclays on flowability and rheology of SCC pastes. Construction and Building Materials. 2020; 243: 118285. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118285
9. Kawashima S., Chaouche M., Corr D.J., Shah S.P. Rate of thixotropic rebuilding of cement pastes modified with highly purified attapulgite clays. Cement and Concrete Research. 2013; 53: 112 – 118. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.05.019
10. Liu Z., Li M., Weng Y., Wong T.N., Tan M.J. Mixture Design Approach to optimize the rheological properties of the material used in 3D cementitious material printing. Construction and Building Materials. 2019; 198: 245 – 255. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.252
11. Jiao D., Shi C., Yuan Q., An X., Liu Y., Li H. Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review. Construction and Building Materials. 2017; 83: 146–159.
12. Ma G., Li Z., Wang L. Printable properties of cementitious material containing copper tailings for extrusion based 3D printing. Construction and Building Materials. 2018. 16: 613 – 627. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.051
13. Kazemian A., Yuan X., Cochran E. et al. Cementitious materials for construction-scale 3D printing: Laboratory testing of fresh printing mixture. Construction and Building Materials. 2017;145: 639–647.
14. Chen Y., Zhang Y., Pang B., Liu Z., Liu G. Extrusion-based 3D printing concrete with coarse aggregate: Printability and direction-dependent mechanical performance. Construction and Building Materials. 2021; 296: 123624. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123624
15. Bai G., Wang L., Ma G., Sanjayan J., Bai M. 3D printing eco-friendly concrete containing under-utilised and waste solids as aggregates. Cement and Concrete Composites. 2021; 120: 104037. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104037
16. Álvarez-Fernández M.I., Prendes-Gero M.B., González-Nicieza C., Guerrero-Miguel D.J., Martínez-Martínez J.E. Optimum mix design for 3D concrete printing using mining tailings: A case study in Spain. Sustainability. 2021; 13(3): 1 – 14. https://doi.org/10.3390/su13031568

17. Ting G.H.A., Tay Y.W.D., Qian Y., Tan M.J. Utilization of recycled glass for 3D concrete printing: rheological and mechanical properties. Journal of Material Cycles and Waste Management. 2019; 29: 00857. https://doi.org/10.1007/s10163-019-00857-x

18. Panda B., Ruan S., Unluer C., Tan M.J. Improving the 3D printability of high-volume fly ash mixtures via the use of nano attapulgite clay. Composites Part B Engineering. 2019; 165: 75 – 83.

19. Kruglitsky N.N. Essays on physical and chemical mechanics. Naukova Dumka: Kyiv; 1988.

20. Круглицкий Н.Н. Очерки по физико-химической механике. Киев: Изд. Наукова думка, 1988. 224 с.

21. Урьев Н.Б. Физико-химическая динамика структурированных нанодисперсных систем и нанодисперсных композиционных материалов. Часть 1 // Физикохимия поверхности и защита материалов. 2010. Т. 46, № 1. С. 3 – 23.

22. Slavcheva G.S., Razov I.O., Solonina V.A., Panchenko Y.F. Justification of the criteria requirements for fillers in mixtures for 3D construction printing. Nanotechnologies in construction. 2023; 15(4): 310–318. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-4-310-318. – EDN: IFTQOV.

23. Slavcheva G.S., Solonina V.A., Panchenko Yu.F., Orlov V.S., Filipenko P.V. Filler type influence on 3d-printable. mixtures fresh properties. Izvestiya vuzov. Stroitel'stvo [News of Higher Educational Institutions. Construction]. 2023; (12): 37–51. (In Russian).

24. Slavcheva G.S., Solonina V.A., Panchenko Yu.F., Orlov V.S., Filipenko P.V. Effect of aleuropelite content on fresh and hardened properties of 3D-printable multi-binder composites. Construction of Unique Buildings and Structures. 2023; (109): 10909.

25. Toutou Z., Roussel N., Lanos C. The squeezing test: A tool to identify firm cement-based material's rheological behavior and evaluate their extrusion ability. Cement and Concrete Research. 2005: 35(10): 1891–1899. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.09.007

26. Slavcheva G., Artamonova O., Babenko D., Ibryaeva A. Effect of Limestone Filler Dosage and Granulometry on the 3D printable Mixture Rheology. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. V International Conference Safety Problems of Civil Engineering Critical Infrastructures. 2020; 972: 012042. https://doi.org/10.1088/1757-899X/972/1/012042

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Славчева Галина Станиславовна – доктор технических наук, доцент, главный научный сотрудник, Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, gslavcheva@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0001-8800-2657

Солонина Валентина Анатольевна – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник, Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, soloninava@tyuiu.ru, https://orcid.org/0000-0002-0873-627X

Разов Игорь Олегович – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник, Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, razovio@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4829-7080

Филипенко Павел Васильевич – младший научный сотрудник, аспирант, Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, filipenkopv@tyuiu.ru, https://orcid.org/0009-0005-4748-262X

Орлов Виктор Сергеевич – младший научный сотрудник, Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, e-mail: orlovvs1@tyuiu.ru, https://orcid.org/0000-0001-5583-6989

ВКЛАД АВТОРОВ

Славчева Г.С. – научное руководство, аналитический обзор состояния вопроса, концепция исследования, научное редактирование статьи.

Солонина В.А. – обработка данных, доработка текста.

Разов И.О. – математическое описание, выполнение аналитических расчетов.

Филипенко П.В. – лабораторные исследования.

Орлов В.С. – лабораторные исследования.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 25.06.2024; одобрена после рецензирования 02.08.2024; принята к публикации 12.08.2024.

CONSTRUCTION MATERIALS SCIENCE

Review article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-320-328

CC BY 4.0

Structural and heat-insulating foam concrete for individual monolithic housing construction

Aleksei B. Steshenko[1]*, Aleksander I. Kudyakov[1], Alexandr S. Inozemtcev[2], Sergei S. Inozemtcev[2]

[1] Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia
[2] National Research Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russia
* Corresponding author: e-mail: steshenko.alexey@gmail.com

ABSTRACT

Introduction. The article presents the results of studies of structural and heat-insulating cement-based foam concrete for monolithic individual housing construction using porous aggregates sand and superplasticizers. The relevance of the study is to improve the technological properties of foam concrete mixtures to enhance their transportation and laying in formwork, as well as to increase the strength and thermal insulation parameters of wall materials used in individual housing construction. A synergistic effect is ensured and increased stability of the foam concrete mixture is achieved, resulting in an increase in the grade of compressive strength of foam concrete and a decrease in thermal conductivity by partially replacing quartz sand with expanded clay or slag sand in the amount of 25% by volume and introducing the superplasticizer "Steinberg MP-4". **Materials and methods.** The study of foam concrete mixture and foam concrete was carried out in the accredited laboratory of TSUAB in accordance with the requirements of national standards. **Results.** The use of combined additives, including a superplasticizer and a mineral porous aggregate, leads to increase the grade of compressive strength of foam concrete from B1 to B2 while maintaining the average density grade D600, and also allows reducing the thermal conductivity coefficient of foam concrete to 17% compared to the basic composition. **Conclusion.** The developed compositions for the production of monolithic structural and heat-insulating foam concrete of natural hardening with a combined additive, including mineral porous aggregate and current plasticizers, are recommended for individual housing construction of low-rise buildings.

KEYWORDS: cement foam concrete of natural hardening, porous aggregates, expanded clay and slag sand, diameter of the mixture flow, compressive strength, average density, thermal conductivity coefficient.

ACKNOWLEDGMENTS: The research was funded by the National Research Moscow State University of Civil Engineering (2024 grant for fundamental and applied scientific research done by the members and strategic partners of the Industry consortium "Construction and architecture".

FOR CITATION:
Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S. Structural and heat-insulating foam concrete for individual monolithic housing construction. *Nanotechnologies in Construction.* 2024; 16 (4): 320–328. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-320-328. – EDN: JDOTUK.

INTRODUCTION

In 2024 the volume of individual housing construction (IHC) will reach 40 million sq. m in accordance with the program of the Ministry of Construction of Russia [1]. The main structural and heat-insulating element of a low-rise residential building is the wall. Much attention is paid to material's quality, cost and technology of construction work for choosing a wall material for your own home. The quality of the wall material means high strength and heat-insulating characteristics, durability (frost resistance), as well as reliability in their production during housing construction [2]. One of the important factors in ensuring the quality of construction work is the ability to erect walls from hardening porous mixtures prepared directly at the construction site (monolithic construction) [2, 3].

Monolithic individual housing construction is developing dynamically in Russia. Currently, various options for monolithic individual housing construction technologies are used, and each method requires naturally hardening foam concrete mixtures of the appropriate quality [4, 1].

© Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S., 2024

The quality of monolithic foam concrete intended for the construction of wall structures is regulated by standards for two main parameters: the grade of compressive strength, assessed taking into account homogeneity, and thermal conductivity coefficient. Based on the analysis of the cellular concrete market in the Russian Federation [4], the most popular are structural and heat-insulating foam concretes with the average density grade D500-D700. According to the requirements of Russian State Standards GOST 25485-2019 the grade of compressive strength of foam concrete must be at least B1, and the thermal conductivity coefficient in a dry state is 0.15–0.17 W/m • °C.

It is necessary to take into account the technological complexities of ensuring the homogeneity of the structure for managing the processes to ensure compliance or improve the quality of foam concrete according to the above parameters during monolithic construction of wall structures [1, 3, 5]. This is due to the need for uniform mixing of the components and obtaining a homogeneous structure of the mixture due to the large difference in the average density of the quartz filler grains and the porous cement matrix. The construction of enclosing structures with monolithic technology in many cases needs to fill with a mixture at an increased height, exceeding the standard size of the wall blocks. It leads to segregation of the components, a decrease in the homogeneity and strength of the frame-forming base of foam concrete [6, 7]. It is necessary to develop technological principles for obtaining more stable foam concrete mixtures while maintaining the required mobility and density. Increased stability of the mixture is achieved by strengthening the cement-sand matrix, increasing the average density, which leads to a decrease in the thermal insulation characteristics of the enclosing structures of buildings. Ensuring high strength of foam concrete without increasing the average density is possible by introducing porous active mineral components into the mixture [8–12]. Low values of the thermal conductivity coefficient of foam concrete are also achieved with the maximum possible content of air pores in the cement-sand matrix without loss of strength of the interpore partitions. This effect is achieved by saturating the cement-sand matrix with porous aggregates commensurate with the macropores of foam concrete, while simultaneously increasing the strength of the matrix [10–14]. However, porous aggregates have greater water absorption, compared to quartz sand, which leads to an increase in the water demand of the foam concrete mixture. To ensure a high degree of hydration of the cement-sand matrix, taking into account the technological features of monolithic construction technology, it will be necessary to optimize the content of mixing water. An important component of the mixture in this case can be an effective plasticizing additive, which allows for the required mobility of the mixture and the strength of foam concrete [15–17].

An effective way to control the porous structure and strength of the cement-sand matrix of foam concrete is the combined introduction of structure-regulating and plasticizing additives into the mixture [1, 6, 12]. It is necessary to ensure a synergistic effect or the possibility of implementing an emergent first-order structure for the rational choice of active mineral and plasticizing additives. It will positively affect the optimization of the structure and performance properties of foam concrete [18–20].

During the study it is proposed to use the positive properties of plasticizing and mineral additives by introducing them together into the mixture in the form of a combined additive selectively influencing the processes of structure formation of foam concrete.

The scientific hypothesis: by introducing combined additives during the preparation of foam concrete mixtures that form microporosity (porous aggregates with an active surface) and maintain mobility (water-reducing additives). It is possible to ensure the stability of the mixture during the period of laying in the formwork, homogeneity during the formation of the structure and the required parameters characterizing the quality of foam concrete [15, 16, 21, 22].

It is recommended to use porous expanded clay sand and ash and slag sand from the Severskaya TPP (Tomsk Region) as mineral porous additives for the production of foam concrete of the required level and stability of quality. In the concrete mixture, the mineral porous aggregates act as not only an active mineral additive that actively influences the processes of structure formation and increasing the strength of foam concrete, but also a filler with micropores that increases the thermal resistance of the wall material [21–24].

It is proposed to introduce microporous filler into the composition of the foam concrete mixture instead of 25, 50 or 75% quartz sand by volume, taking into account the bulk density, with subsequent adjustment of the recommended compositions according to the values of the actual average density of the foam concrete mixture.

The aim of the research is to establish the patterns of influence of porous aggregates and water-reducing additives on the processes of structure formation of cement based foam concrete, as well as to develop scientifically based formulation and technological solutions for the production of cement based structural and heat-insulating foam concrete of natural hardening with a combined additive for individual housing construction.

MARERIALS AND METHODS

The following raw materials were used in the research:

– portland cement from Topkinsky cement plant, type CEM1, strength grade – 42.5B (Russian State Standards GOST 31108-2020);

– quartz-feldspar sand from Kudrovskoye deposit, Tomsk region (Russian State Standards GOST 8736-2014). The physical and mechanical properties of sand are given in table 1;
– expanded clay sand from Large-Panel Housing Construction Plant, Tomsk (Russian State Standards GOST 9757-90). The physical and mechanical properties of expanded clay sand are presented in table 2;
– porous slag sand from Severskaya TPP, Tomsk region (Russian State Standards GOST 26644 85). The physical and mechanical characteristics of slag sand are given in [13]. Slag sand belongs to class 1 in terms of the content of natural radionuclides and is suitable for the production of building materials. Bulk density of slag sand is 850 kg/m^3;
– tap water (Russian State Standards GOST 23732–2011);
– superplasticizer "Steinberg MR-4" is a product based on the condensation of naphthalene sulfonic acid and formaldehyde (Technical Specifications 20.59.59-001-45419370-2018);
– superplasticizer "Steinberg GROS-63 MR" (Technical Specifications 20.59.59-001-45419370-2018).
– superplasticizer "Relamix T2" is a mixture of inorganic (thiocyanates, thiosulfates) and organic (polymethylene naphthalene sulfonates) sodium salts (Technical Specifications 5745-070-58042865-2012).

The foam concrete mixture was prepared in a turbulent mixer using single-stage technology [25]. Testing and quality assessment of foam concrete were carried out according to Russian State Standards GOST 25485-2019.

The design of the composition of the foam concrete mixture was carried out in accordance with the requirements of Russian Standard SN 277-80 "Instructions for the production of cellular concrete products". The designed basic (control) composition of structural and heat-insulating foam concrete with an average density grade D600, used in conducting studies of the effect of microporous and plasticizing additives on the quality parameters of foam concrete, is presented in table 3.

RESULTS AND DISCUSSION

The results of the studies on the influence of porous aggregates on the properties of foam concrete mixture are presented in table 4. The volume of quartz sand was

Table 1
Physical and mechanical properties of quartz-feldspar sand

Partial (total) residues, %, on sieves, mm						Module size	Density, kg/m^3		Content of dust and clay particles,%
2.5	1.25	0.63	0.315	0.16	< 0.16		bulk	true	
0.5 (0.5)	1.0 (1.5)	4.5 (6.0)	35.0 (41.4)	53.5 (94.5)	5.5 (100)	1.8	1400	2550	0.1

Table 2
Physical and mechanical properties of expanded clay sand

Partial (total) residues, %, on sieves, mm						Module size	Density, kg/m^3		Thermal conductivity coefficient, W/m • °C
2.5	1.25	0.63	0.315	0.16	< 0.16		bulk	true	
70.7 (70.7)	19.0 (89.7)	7.7 (97.4)	1.0 (98.4)	0.7 (99.1)	0.9 (100)	4.6	650	2315	0.1099

Table 3
Basic (control) composition of foam concrete grade D600

Consumption of raw materials per 1 m^3			
cement, kg	quartz-feldspar sand, kg	water, l	foaming agent, l
333	166	250	1.66

Table 4
The influence of porous fillers on the properties of foam concrete mixture

Composition	Density of foam concrete mixture, kg/m³	Diameter of foam concrete mixture spread, cm
Basic	726	13,0
Expanded clay sand 25%	720	14,0
Expanded clay sand 50%	656	12,0
Expanded clay sand 75%	632	11,0
Slag sand 25%	689	13,5
Slag sand 50%	654	16,5
Slag sand 75%	631	17,5

determined taking into account its bulk density and then its replacement with porous sands was calculated during the studies.

It has been established that the increase of the proportion of expanded clay sand and slag sand in the filler leads to decrease the density of the foam concrete mixture in all compositions. At the same time, an increase in the mobility of the foam concrete mixture is observed. The mobility of the foam concrete mixture increases from 13 cm to 14 cm due to the replacing 25% of quartz sand by volume with expanded clay sand, and replacing it with slag sand – from 13 cm to 13.5 cm. In compositions with slag sand in a volume of 50%, the mobility of the mixture increases from 13 cm to 16.5 cm, and in a volume of 75% – up to 17.5 cm compared to the basic composition. The increase in the mobility of the mixture is explained by a decrease in the density of the cement matrix at the contact with the vitrified surface of the slag sand grains. The density of the mixture decreases due to the porous structure of the aggregates, the colmatation of the open pores of the grains with cement paste and the lower true density of the grains compared to quartz-feldspar sand [11, 23, 26].

The results of the studies on the influence of expanded clay and slag sand on the strength properties of foam concrete are presented in fig. 1.

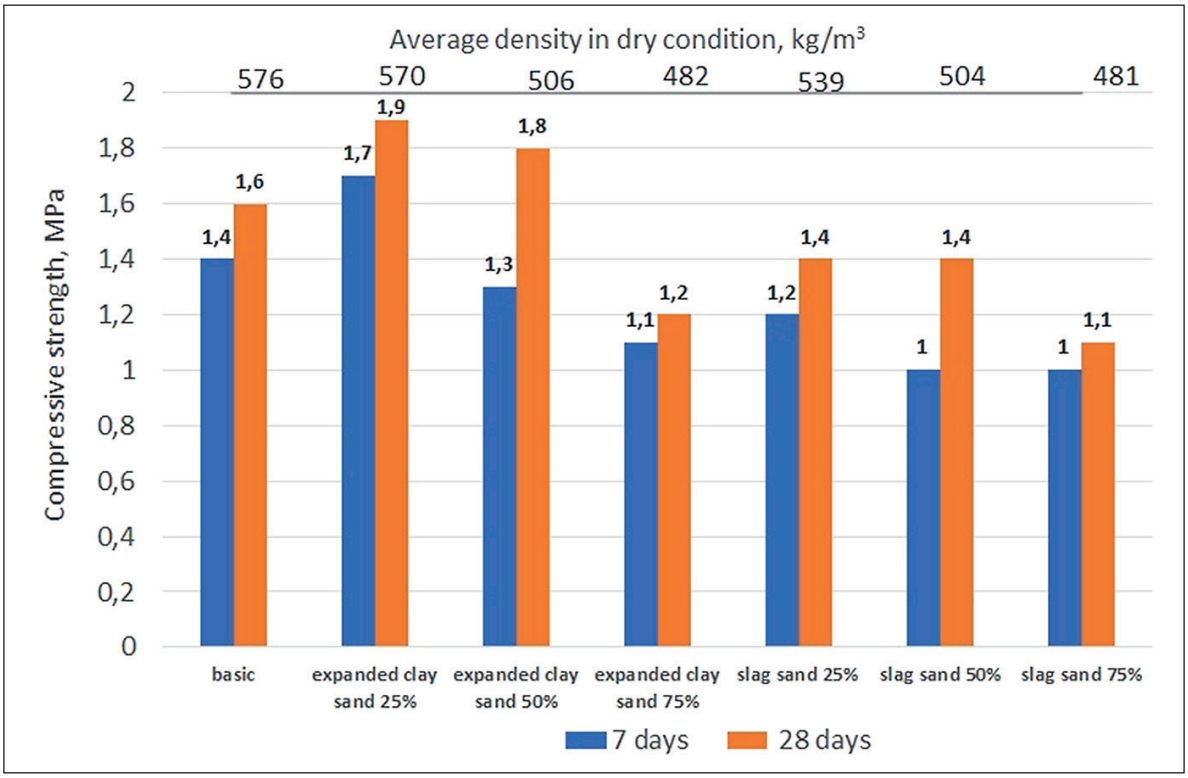


Fig. 1. **The influence of porous sands on the properties of foam concrete**

It has been established that replacing 25% by volume of quartz-feldspar sand in the foam concrete mixture with expanded clay sand leads to increase the compressive strength of foam concrete at the age of 7 days by 18%, and at the age of 28 days by 16% compared to the basic composition of foam concrete. This effect is explained by the colmatation of open pores of the grains of the porous filler by the cement-sand mixture, an increase in contact strength. That contributes to the strengthening of the foam concrete matrix [12, 23, 26]. It was shown that introducing 25% slag sand into the foam concrete mixture promotes decrease in the compressive strength of foam concrete at the age of 7 days by 12%, at the age of 28 days by 11% compared to the basic composition.

The use of expanded clay sand and slag sand in the amount of 50% and 75% by volume, instead of quartz sand in the foam concrete mixture, leads to a decrease in the strength characteristics of foam concrete.

Expanded clay sand and slag sand in the amount of 25% by volume are recommended, instead of quartz-feldspar sand for further research on improving the quality of foam concrete mixture and foam concrete.

Preservation of the primary pore structure during transportation of the finished mixture and laying in the formwork of wall structures depends on the rheological characteristics of the foam concrete mixture [1, 25]. Evaluation of the rheological properties of foam concrete mixtures is necessary when managing technological processes for the production of monolithic building structures.

To achieve the required mobility of the foam concrete mixture during transportation, pouring the mixture into formwork (removable or permanent), and implementing the principles of emergence in managing structure formation, it is proposed to introduce effective plasticizers into the mixture [25, 27]. Several types of superplasticizers used in the production of building materials were used in the study to achieve the required mobility (flow diameter) of the foam concrete mixture. The recommended dosage of superplasticizers is 0.5% of the cement mass. The results of studies of the effect of plasticizing additives on the properties of cement foam concrete mixture and foam concrete with expanded clay sand are given in table 5.

It has been established that the use of plasticizing additives leads to increase the diameter of the spread (mobility), while the strength of foam concrete decreases. The use of the plasticizer "Shtayberg MP-4" ensures the best mobility of the foam concrete mixture of 18 cm, while the least decrease in strength characteristics is observed.

Experimentally was shown that the use of the plasticizer "Relamix T2" leads to the spread of the foam concrete mixture almost doubled, the mixture is unstable, the formed pores collapse. It promotes a decrease in the volume of the finished mixture, a decrease in the average density of the mixture by 18% and a decrease in the compressive strength of foam concrete at 28 days of age by 3 times compared to the basic composition.

The greatest decrease in average density by 23% compared to the basic composition is observed in the foam concrete mixture with the addition of "GROS 63 MR". Some water is released in the foam concrete mixture (water-reducing effect) and the foaming capacity of the mixture increases.

The plasticizer "Steinberg MP-4" was used in an amount of 0.5% of the cement mass for further studies to improve the quality of foam concrete.

The studies were conducted with combined additives in order to predict the possibility of selectively increasing the quality of foam concrete mixture and concrete by simultaneously introducing a plasticizing additive and the porous aggregates. Combined additives include the superplasticizer "Steinberg MP-4" and porous aggregates in an amount of 25% by volume instead of quartz sand, taking into account it's bulk density.

The introduction of aggregates into the composition of foam concrete mixture with plasticizer can provide the required rheological parameters and increase the aggregate stability of the mixture, increase the strength of hardened foam concrete [27]. The results of studies of the use of a combined additive in foam concrete mixture are presented in table 6 and fig. 2.

Table 5

The influence of plasticizing additives on the properties of foam concrete mixture and foam concrete

Type of additive	Density of foam concrete mixture, kg/m^3	Diameter of foam concrete mixture spread, cm	Compressive strength of foam concrete at the age of 7 days, MPa	Compressive strength of foam concrete at the age of 28 days, MPa
Basic composition	726	13.0	1. 37	1.60
Steinberg MP-4	617	18.0	1.03	1.38
GROS-63MR	560	23.5	0.76	0.99
Relamix T2	596	20.0	0.21	0.52

Table 6
The influence of combined additives on the properties of foam concrete mixture

Type of additive	Density of foam concrete mixture, kg/m³	Diameter of foam concrete mixture spread, cm
Basic composition	726	13
Expanded clay sand + MP-4	725	17.5
Slag sand + MP-4	733	16.5

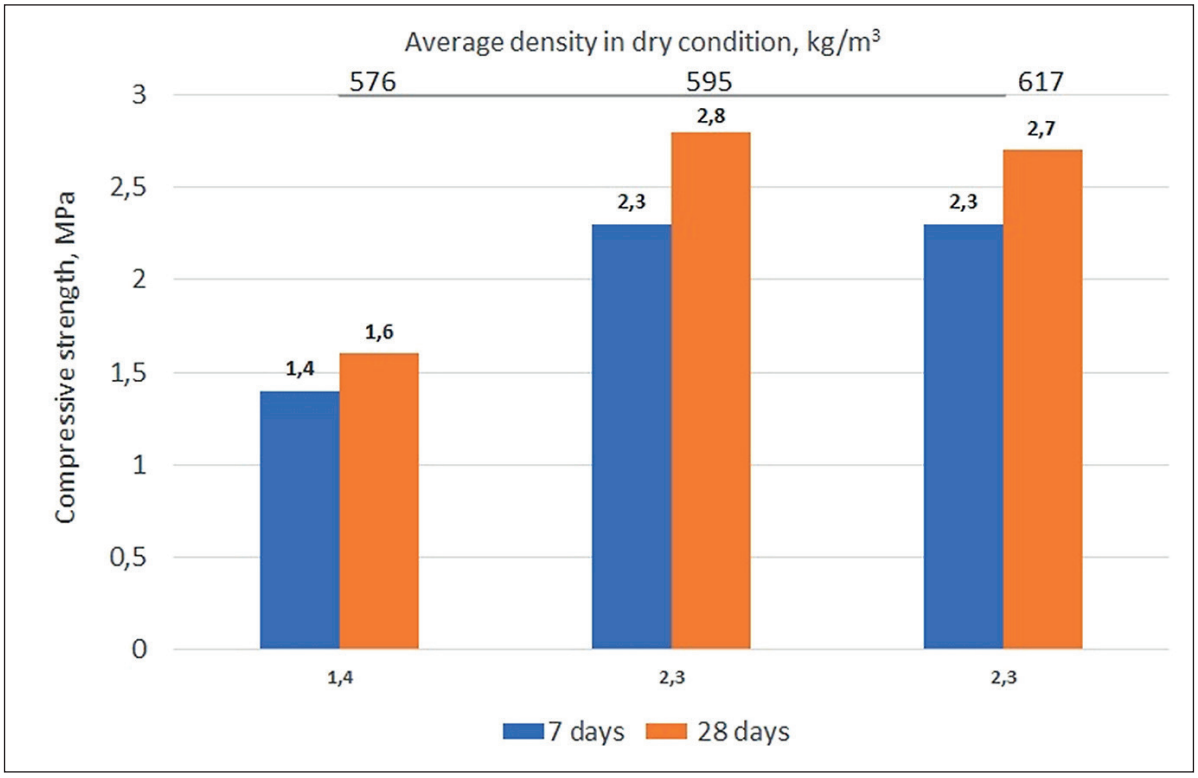


Fig. 2. **Effects of combined additives on the properties of foam concrete**

Experimentally was shown that the use of combined additives into the foam concrete mixture made it possible to increase the spread diameter of the mixture by 1.5 times, without significantly changing the average density of the foam concrete mixture.

It has been established that the use of the "Steinberg MP-4" plasticizer together with expanded clay sand in the amount of 25% by volume instead of quartz sand leads to increase the strength of foam concrete samples by 40 and 85% compared to the basic sample, and by 40 and 79% with slag sand at 7 and 28 days of age, respectively. At the same time, the coefficient of variation in compressive strength decreases from 12.7 to 8.4 with expanded clay sand, 9.6 with slag sand, which characterizes an increase in the homogeneity of the foam concrete structure with a combined filler.

Thus, when using a combined additive with expanded clay sand, the grade of compressive strength of foam concrete increases from B1 to B2, and slag sand – from B1 to B1.5, while maintaining the grade of average density D600.

The results of studies of the thermal conductivity of foam concrete with combined additives are presented in table 7.

The efficiency of thermal protection of enclosing structures of buildings made of foam concrete depends on the characteristics of the porous structure: the content, size and uniformity of distribution of pores and humidity [1]. Visual studies of the porous structure of the obtained samples with additives showed a fairly uniform structure of foam concrete. As follows from table 7, foam concrete with a combined additive with slag sand has the lowest thermal conductivity coefficient (0.086 W/m • °C). Analyzing the obtained results, we can conclude that the thermal conductivity coefficient of foam concrete with a combined additive is lower than the basic value and cor-

Table 7
Thermal conductivity coefficient of foam concrete with combined additives

Type of additive	Thermal conductivity coefficient, W/m • °C	
	at 25% humidity	in dry condition
Basic composition	0.180	0.142
Expanded clay sand + MP-4	0.166	0.133
Slag sand + MP-4	0.108	0.086

Table 8
Foam concrete compositions with combined additives for industrial use

Type of foam concrete	Consumption of raw materials per 1 m^3					
	cement, kg	sand, kg	water, l	foaming agent, l	Superplasticizer Steinberg MP-4, kg	Porous aggregate, kg
Using expanded clay sand	350	110	240	1.65	1.75	22
Using slag sand	340	120	240	1.60	1.70	20

responds to the standard values for structural and thermal insulation foam concrete grade D600. All this together proves the efficiency of foam concrete with the studied porous fillers [28].

Compositions of cement foam concrete with combined additives have been developed for industrial application of scientific results in monolithic individual housing construction technologies (table 8).

CONCLUSION

1. It was established that replacing 25% by volume of quartz-feldspar sand in a foam concrete mixture with expanded clay sand, taking into account the bulk density, the compressive strength of foam concrete at the age of 28 days increases by 16%, and introducing 25% slag sand – by 11% compared to the control composition.

2. Using combined additives including superplasticizer Steinberg MP-4 (0.5%) and mineral porous filler (25%) leads to increase the grade of compressive strength of foam concrete from B1 to B2 (with expanded clay sand) and from B1 to B1.5 (with slag sand) while maintaining the average density grade of D600.

3. It has been established that the use of porous aggregates (25% by volume) together with the superplasticizer Steinberg MP-4 in an amount of 0.5% of the cement mass allows the thermal conductivity coefficient of foam concrete to be reduced to 17% compared to the basic composition.

4. It was established that during the structure formation of foam concrete with combined additives, including the mineral porous aggregates and a superplasticizer, a synergistic effect is manifested in the formation of technological and operational characteristics. That is made it possible to develop recommendations for the use of the developed composition of high-quality structural and heat-insulating foam concrete in monolithic individual housing construction.

REFERENCES

1. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S. Controlling the structural formation of porized cement composites in the production of thermally efficient enclosure structures of enhanced quality. *Nanotechnologies in Construction: A Scientific Internet-Journal*. 2023; 15 (5): 408-417. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-5-408-417

2. Guanzheng Zh., Ray Kai L.S. A review on durability of foam concrete // *Buildings*. 2023; 13: 1880. https://doi.org/10.3390/buildings13071880

3. Markin V., Nerella V.N., Schröfl C., Guseynova G. and Mechtcherine V. Material design and performance evaluation of foam concrete for digital fabrication. *Materials*. 2019; 12: 2433. https://doi.org/10.3390/ma12152433

4. Telichenko V.I., Benuzh A.A., Rud N.S. Indoor air quality requirements for civil buildings in russian regulations in comparison with international green standards. *International Journal for Computational Civil and Structural Engineering*. 2021; 17 (1): 98-107. https://doi.org/10.22337/2587-9618-2021-17-1-98-107

5. Gencel O., Bilir T., Bademler Z., Ozbakkaloglu T. A detailed review on foam concrete composites: ingredients, properties, and microstructure. *Appl. Sci.* 2022; 12: 5752. https://doi.org/10.3390/app12115752

6. Eliseeva N., Eliseev N. Regulation of foam stability for non-autoclave foam concrete with additives of colloidal nature. *International Scientific Siberian Transport Forum TransSiberia. Lecture Notes in Networks and System*. 2021; 402. https://doi.org/10.1007/978-3-030-96380-4_15

7. Guanzheng Zhou, Su R.K.L. A review on durability of foam concrete. *Buildings*. 2023; 13(7):1880. https://doi.org/10.3390/buildings13071880

8. Oreshkin D.V., Chebotaev A.N., Perfilov V.A. Disposal of drilling sludge in the production of building materials. *Procedia Engineering*. 2015; 111: 607—611. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.07.053

9. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Kopanitsa N.O. Structural and heat insulating foam concrete made with drill cuttings. *Journal Cement and its Applications*. 2023; 6. https://doi.org/10.61907/cia.2023.53.63.001

10. Kurmangalieva A.I., Anikanova L.A., Kudyakov A.I., Steshenko A.B., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S., Buryanov A.F. Formation of porous structures in production technology of construction materials based on building gypsum plaster// *Nanotechnologies in Construction: A Scientific Internet-Journal*. 2023; 15 (4): 319-327. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-4-319-327

11. Kudyakov A.I., Prischepa I.A. Osipov S.P. Non-autoclaved cement foam concrete with thermal modified peat additive. *Stroitel'nye materialy (Construction materials)*. 2022; 12 (1-2); 40-49. https://doi.org/10.31659/0585-430X-2022-799-1-2-40-49 (In Russian).

12. Dien V.K., Ly N.C., Lam T.V., Bazhenova S.I. Foamed concrete containing various amounts of organic-mineral additives. *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series*. 2019; 1425: 012199. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1425/1/012199

13. Kudyakov A.I., Steshenko A.B., Dushenin N.P., Ryabtseva N.E. *Vestnik of Tomsk State University of Architecture and Building*. 2021; 23 (5): 105—117. https://doi.org/ 10.31675/1607-1859-2021-23-5-105-117 (In Russian).

14. Yakovlev G., Polyanskikh I., Pudov I., Saidova Z., Drochytka R., Skripkiunas G., Karpova E., Urkhanova L., Elrefai A.E.M.M. Effect of ultrafine additives on the morphology of cement hydration products. *Crystals*. 2021; 11 (8): 1002. https://doi.org/10.3390/cryst11081002

15. Inozemtcev A., Korolev E., Duong T.Q. Conditions for selection of superabsorbent polymer hydrogel for cement compositions. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2023; 108 (2): 256-262. https://doi.org/10.1007/s10971-022-05803-2

16. Song N., Li Zh., Yi W., Wang Sh. Properties of foam concrete with hydrophobic starch nanoparticles as foam stabilizer. *Journal of Building Engineering*. 2022; V. 56: 104811. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.104811

17. Urkhanova L.A., Lkhasaranov S.A., Buyantuev S.L., Khardaev P.K. The use of composite binders and nanomodifiers for fiber-reinforced concrete. *Nanotechnologies in Construction*. 2018; 10 (6): 91— 107. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2018-10-6-91-107

18. Li Hou, Jun Li, Zhongyuan Lu, Yunhui Niu, et al. Effect of nanoparticles on foaming agent and the foamed concrete. *Construction and Building Materials*. 2019; Vol. 227: 116698.

19. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Ryabtseva N.E. Cement based foam concrete with hardening accelerators. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2020; 911: 012003. https://doi.org/10.1088/1757-899X/911/1/012003

20. Obukhova S., Korolev E., Gladkikh V. The influence of single-walled carbon nanotubes on the aging performance of polymer-modified binders. *Materials*. 2023; (16) 24: 7534. https://doi.org/10.3390/ma16247534

21. Hao Y., Yang G., Liang K. Development of fly ash and slag based high-strength alkali-activated foam concrete. *Cement and Concrete Composites*. 2022; V. 128: 104447. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104447

22. Stepanenko M.A., Markova I.Yu., Strokova V.V., Markov A.Y. Assessment of the activity of sol-entrainments of various compositions as mineral additives for cement systems. *Proceedings of Higher Educational Institutions. Construction*. 2023; 11 (779): 50-59. https://doi.org/10.32683/0536-1052-2023-779-11-50-59

23. Kim D.V., Bazhenova S.I., Nguyen T.Ch., Tang V.L., Do M.Ch., Le V.L., Hoang M.Th. Insulation properties and performance of foam concrete using blast furnace slag. *Structural integrity and life*. 2022; Vol. 22 (1): 48—56.

24. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Lukyanchikov S.A., Nasyrov V.A. Construction and heat-insulating foam concrete with the use of drilling sludge. *AIP Conf. Proc.* 2022; 2696: 020008-1—020008-5. https://doi.org/10.1063/5.0117016

25. Steshenko A.B., Simakova A.S., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S. Structural and heat insulating cement-based concrete with complex glyoxal based additive. *Nanotechnologies in Construction*. 2022; 14 (5): 353-362. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-5-353-362

26. Strokova V.V., Markova I.Yu., Markov A.Yu., Stepanenko M.A., Nerovnaya S.V., Bondarenko D.O., Botsman L.N. Properties of a composite cement binder using fuel ashes. *Key Engineering Materials*. 2022; 909 KEM: 184-190. https://doi.org/10.4028/p-tm4y4j

27. Xiong Y., Pang B., Liu Zh., Liu Ch., Hu Zh, Liguo Ma L. Effect of foam temperature on foam stability of foamed concrete and stabilization mechanisms. *Journal of Building Engineering*. 2023; 77(6): 107492. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.107492

28. Ilina L., Kudyakov A., Rakov M. Aerated dry mix concrete for remote northern territories. *Journal of Civil Engineering*. 2022; 5 (113): 11310. https://doi.org/10.34910/MCE.113.10

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Aleksei B. Steshenko – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Tomsk state university of architecture and building, Tomsk, Russia, steshenko.alexey@gmail.com, https://orcid.org/0000-0002-2468-3147

Aleksander I. Kudyakov – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Tomsk state university of architecture and building, Tomsk, Russia, кudyakow@mail.tomsknet.ru, https://orcid.org/0000-0002-8927-6833

Alexandr S. Inozemtcev – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, National research Moscow state university of civil engineering, Moscow, Russia, InozemcevAS@mgsu.ru, https://orcid.org/0000-0001-7807-688X

Sergei S. Inozemtcev – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, National research Moscow state university of civil engineering, Moscow, Russia, inozemtsevss@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-2965-0846

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

Aleksei B. Steshenko – carrying out experimental work; collection and systematization of experimental data; visualization of research results; writing the original text of the article; drawing up final conclusions.

Aleksander I. Kudyakov – scientific guidance; concept development and research methodology development; analysis of research results; writing the original text of the article; drawing up final conclusions.

Alexandr S. Inozemtcev – literature review, processing and analysis of experimental data.

Sergei S. Inozemtcev – literature review, processing and analysis of experimental data.

The authors declare no conflicts of interests.

The article was submitted 09.07.2024; approved after reviewing 06.08.2024; accepted for publication 12.08.2024.

СТРОИТЕЛЬНОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Обзорная статья
УДК 691.327.33
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-320-328

CC BY 4.0

Конструкционно-теплоизоляционный пенобетон для индивидуального монолитного жилищного строительства

Алексей Борисович Стешенко[1]*, Александр Иванович Кудяков[1], Александр Сергеевич Иноземцев[2], Сергей Сергеевич Иноземцев[2]

[1] Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия
[2] Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет, Москва, Россия
* Автор, ответственный за переписку: e-mail: steshenko.alexey@gmail.com

АННОТАЦИЯ

Введение. Приведены результаты исследований конструкционно-теплоизоляционного цементного пенобетона для монолитного индивидуального жилищного строительства с применением пористых заполнителей и суперпластификаторов. Актуальность исследования обусловлена необходимостью повышения технологических свойств пенобетонных смесей для улучшения транспортировки и укладки в опалубку, а также повышения прочностных и теплоизоляционных параметров стеновых материалов в индивидуальном жилищном строительстве. Путем частичной замены кварцевого песка на керамзитовый или шлаковый песок в количестве 25% по объему и введения суперпластификатора «Штайнберг МР-4» обеспечивается синергетический эффект и достигается повышенная устойчивость пенобетонной смеси, увеличение класса пенобетона по прочности на сжатие и уменьшение теплопроводности. **Материалы и методы.** Исследование пенобетонной смеси и пенобетона проводилось в аккредитованной лаборатории ТГАСУ в соответствии с требованиями национальных стандартов. **Результаты.** Применение комбинированных добавок, включающих суперпластификатор и минеральный пористый заполнитель, позволяет повысить класс по прочности на сжатие пенобетона с В1 до В2 при сохранении марки по средней плотности D600, а также позволяет снизить коэффициент теплопроводности пенобетона до 17% по сравнению с базовым составом. **Выводы.** Разработанные составы для изготовления монолитных конструкционно-теплоизоляционных пенобетонов естественного твердения с комбинированной добавкой, включающей минеральные пористые заполнители и современные пластификаторы, рекомендованы для индивидуального жилищного строительства малоэтажных зданий.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: цементный пенобетон естественного твердения, пористые заполнители, керамзитовый и шлаковый песок, диаметр расплыва смеси, прочность на сжатие, средняя плотность, коэффициент теплопроводности.

БЛАГОДАРНОСТИ: Исследование было профинансировано Национальным исследовательским Московским государственным строительным университетом (грант 2024 года на фундаментальные и прикладные научные исследования, выполняемые членами и стратегическими партнерами Отраслевого консорциума «Строительство и архитектура»).

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Стешенко А.Б., Кудяков А.И., Иноземцев А.С., Иноземцев С.С. Конструкционно-теплоизоляционный пенобетон для индивидуального монолитного жилищного строительства // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 320–328. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-320-328. – EDN: JDOTUK.

ВВЕДЕНИЕ

В соответствии с программой Минстроя России в 2024 году объем индивидуального жилищного строительства (ИЖС) достигнет 40 млн кв. м [1]. Основным конструкционно-теплоизоляционным элементом жилого малоэтажного здания является стена. При выборе стенового материала для возведения собственного жилья большое внимание уделяется его качеству, стоимости и технологии осуществления строительных работ. Под качеством стенового материала подразумеваются высокие прочностные и теплозащитные характеристики, долговечность (морозостойкость), а также надежность в их из-

© Стешенко А.Б., Кудяков А.И., Иноземцев А.С., Иноземцев С.С., 2024

готовлении при строительстве жилья [2]. Одним из важных факторов в обеспечении качества строительных работ является возможность возведения стен из твердеющих поризованных смесей, приготовленных непосредственно на строительной площадке, т.е. в местах строительства жилья (монолитное строительство) [2, 3].

Монолитное индивидуальное домостроение динамично развивается в России. В настоящее время используются различные варианты технологий монолитного ИЖС, и для каждого способа требуются пенобетонные смеси естественного твердения соответствующего качества [4, 1].

Качество монолитного пенобетона, предназначенного для строительства стеновых конструкций, регламентируется стандартами по двум основным параметрам: класс по прочности на сжатие, оцениваемый с учетом однородности, и коэффициент теплопроводности. Исходя из анализа рынка ячеистых бетонов в Российской Федерации [4] самыми востребованными являются конструкционно-теплоизоляционные пенобетоны с маркой по плотности D500-D700. Согласно требованиям ГОСТ 25485-2019, класс по прочности на сжатии пенобетона должен быть не менее В1, а коэффициент теплопроводности в сухом состоянии 0,15-0,17 Вт/м • °С.

При управлении процессами обеспечения соответствия или повышения качества пенобетона по вышеуказанным параметрам при монолитном строительстве стеновых конструкций необходимо учитывать технологические сложности обеспечения однородности структуры [1, 3, 5]. Это связано с необходимостью равномерного перемешивания компонентов и получения однородной структуры смеси в связи с большим отличием средней плотности зерен кварцевого заполнителя и поризованной цементной матрицы. Часто при монолитной технологии возведения ограждающих конструкций заполнение опалубки смесью осуществляется с повышенной высотой, превышающей стандартный размер стеновых блоков, что приводит к сегрегации компонентов, снижению однородности и прочности каркасообразующей основы пенобетона [6, 7]. Необходимо разработать технологические принципы получения более устойчивых пенобетонных смесей при сохранении требуемой подвижности и плотности. Повышение устойчивости смеси достигается за счет упрочнения цементно-песчаного каркаса, повышения средней плотности, что приводит к снижению теплозащитных характеристик ограждающих конструкций зданий. Обеспечение высокой прочности пенобетона без увеличения средней плотности возможно путем введения в смесь пористых активных минеральных компонентов [8–12]. Низкие значения коэффициента теплопроводности пенобетона достигаются также при максимально возможном содержании воздушных пор в цементно-песчаной матрице без потери прочности межпоровых перегородок. Данный эффект достигается путем насыщения цементно-песчаного каркаса пористыми заполнителями, соразмерными с макропорами пенобетона, при одновременном повышении прочности каркаса [10–14]. Однако пористые заполнители обладают большим водопоглощением в сравнении с кварцевым песком, что приводит к увеличению водопотребности пенобетонной смеси. Для обеспечения высокой степени гидратации цементо-песчанного каркаса с учетом технологических особенностей монолитной технологии строительства потребуется оптимизация содержания воды затворения. Важным компонентом смеси в данном случае может быть эффективная пластифицирующая добавка, позволяющая обеспечить требуемую подвижность смеси и прочность пенобетона [15–17].

Исходя из вышесказанного, эффективным способом управления пористой структурой и прочностью цементно-песчаного каркаса пенобетонов является совместное введение в смесь структурорегулирующих и пластифицирующих добавок [1, 6, 12]. При обосновании выбора активных минеральных и пластифицирующих добавок необходимо обеспечивать синергетический эффект или возможность реализации эмерджентной структуры первого порядка, что положительно повлияет на оптимизацию структуры и эксплуатационные свойства пенобетона [18–20].

При проведении исследований предлагается использовать положительные свойства пластифицирующих и минеральных добавок путем совместного их введения в смесь в виде комбинированной добавки селективного воздействия на процессы структурообразования пенобетона.

Научная гипотеза заключается в том, что путем введения в процессе приготовления пенобетонной смеси комбинированных добавок, формирующих микропористость (пористые заполнители с активной поверхностью) и сохранение подвижности (водоредуцирующие добавки), обеспечивать устойчивость смеси в период укладки в опалубку, однородность в процессе формирования структуры и требуемые параметры, характеризующие качество пенобетона [15, 16, 21, 22].

В качестве минеральных пористых добавок для изготовления пенобетона требуемого уровня и стабильности качества рекомендуется использовать пористые керамзитовый песок и золошлаковый песок Северской ТЭЦ (Томская область). В бетонной смеси минеральный пористый заполнитель выполняет роль не только активной минеральной добавки, активно влияющей на процессы структурообразования и повышения прочности пенобетона, но и напол-

нителя с микропорами, повышающего теплосопротивление стенового материала [21–24].

При проведении исследований предполагается введение микропористого заполнителя в состав пенобетонной смеси взамен 25, 50 или 75% кварцевого песка по объему с учетом насыпной плотности, с последующей корректировкой рекомендуемых составов по значениям фактической средней плотности пенобетонной смеси.

Целью исследований является установление закономерностей влияния пористых заполнителей и водоредуцирующих добавок на процессы структурообразования цементных пенобетонов, а также разработка научно обоснованных рецептурно-технологических решений производства цементных конструкционно-теплоизоляционных пенобетонов естественного твердения с комбинированной добавкой для индивидуального жилищного строительства.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

При проведении исследований в качестве сырьевых компонентов использовались:

– портландцемент Топкинского цементного завода, тип ЦЕМ1, класс по прочности – 42,5Б (ГОСТ 31108-2020);
– кварцево-полевошпатовый песок Кудровского месторождения Томской области (ГОСТ 8736-2014). Физико-механические свойства песка приведены в табл.1;
– керамзитовый песок ООО «ЗКПД ТДСК» г. Томск (ГОСТ 9757-90). Физико-механические свойства керамзитового песка представлены в табл. 2;
– шлаковый песок пористый Северской ТЭЦ Томской области (ГОСТ 26644-85). Физико-механические характеристики шлакового песка приведены в [13]. Шлаковый песок по содержанию естественных радионуклидов относятся к 1 классу и пригоден для производства строительных материалов. Насыпная плотность шлакового песка 850 кг/м^3;
– водопроводная вода (ГОСТ 23732–2011);
– суперпластификатор «Штайнберг МР-4» – продукт на основе конденсации нафталинсульфокислоты и формальдегида (ТУ 20.59.59-001-45419370-2018);
– суперпластификатор «Штайнберг GROS-63 MR» (*ТУ* 20.59.59-001-45419370-2018).
– суперпластификатор Реламикс Т2 – смесь неорганических (роданидов, тиосульфатов) и органических (полиметиленнафталинсульфонатов) солей натрия (ТУ 5745-070-58042865-2012).

Приготовление пенобетонной смеси осуществлялось в турбулентном смесителе по одностадийной технологии [25]. Испытание и оценка качества пенобетона проводились по ГОСТ 25485-2019.

Проектирование состава пенобетонной смеси осуществлялось в соответствии с требованиями СН 277-80. Спроектированный базовый (контрольный) состав конструкционно-теплоизоляционного пенобетона с маркой по средней плотности D600, используемый при проведении исследований влияния микропористых и пластифицирующих добавок

Таблица 1
Физико-механические свойства кварцево-полевошпатового песка

Частные (полные) остатки, %, на ситах, мм						Модуль крупности	Плотность, кг/м^3		Содержание пылеватых и глинистых частиц,%
2,5	1,25	0,63	0,315	0,16	< 0,16		насыпная	истинная	
0,5 0,5	1,0 1,5	4,5 6,0	35,0 41,4	53,5 94,5	5,5 100	1,8	1400	2550	0,1

Таблица 2
Физико-механические свойства керамзитового песка

Частные (полные) остатки, %, на ситах, мм						Модуль крупности	Плотность, кг/м^3		Коэффициент теплопроводности, Вт/м*К
2,5	1,25	0,63	0,315	0,16	< 0,16		насыпная	истинная	
70,7 (70,7)	19,0 (89,7)	7,7 (97,4)	1,0 (98,4)	0,7 (99,1)	0,9 (100)	4,6	650	2315	0,1099

Таблица 3
Базовый (контрольный) состав пенобетона марки D600

Расход исходных материалов на 1 м³			
цемент, кг	**кварцево-полевошпатовый песок, кг**	**вода, л**	**пенообразователь, л**
333	166	250	1,66

на параметры качества пенобетона, представлен в табл. 3.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследований по влиянию пористых заполнителей на свойства пенобетонной смеси представлены в табл. 4. В ходе исследований определялся объем кварцевого песка с учетом его насыпной плотности, и далее рассчитывалась его замена на пористые пески с учетом их насыпной плотности.

Установлено, что при увеличении доли керамзитового песка и шлакового песка в заполнителе наблюдается понижение плотности пенобетонной смеси во всех составах. При этом наблюдается увеличение подвижности пенобетонной смеси. При замене 25% кварцевого песка по объему керамзитовым песком подвижность пенобетонной смеси увеличивается с 13 до 14 см, а при замене шлаковым песком – с 13 до 13,5 см. В составах с шлаковым песком в объеме 50% подвижность смеси повышается с 13 до 16,5 см, а в объеме 75% – до 17,5 см по сравнению с контрольным составом. Повышение подвижности смеси объясняется уменьшением плотности цементной матрицы на контакте с остеклованной поверхностью зерен шлакового песка. Плотность смеси уменьшается по причине пористой структуры заполнителя, кольматации открытых пор зерен цементным тестом и меньшей истинной плотности зерен по сравнению с кварцево-полевошпатовым песком [11, 23, 26].

Результаты исследований по влиянию керамзитового и шлакового песков на прочностные свойства пенобетона представлены на рис. 1.

При замене 25% по объему кварцево-полевошпатового песка в пенобетонной смеси керамзитовым песком наблюдается повышение прочности на сжатие пенобетона в возрасте 7 суток на 18%, а в возрасте 28 суток на 16% по сравнению с контрольным составом пенобетона. Данный эффект объясняется кольматацией открытых пор зерен пористого заполнителя цементно-песчаной смесью, повышением контактной прочности, что способствует упрочнению каркаса пенобетона [12, 23, 26]. При введении 25% шлакового песка в пенобетонную смесь наблюдается понижение прочности на сжатие пенобетона в возрасте 7 суток на 12%, в возрасте 28 суток на 11% по сравнению с контрольным составом.

Применение керамзитового песка и шлакового песка в количестве 50 и 75% по объему взамен кварцевого песка в пенобетонной смеси приводит к снижению прочностных характеристик пенобетона.

Для дальнейших исследований по повышению качества пенобетонной смеси и пенобетона рекомендованы керамзитовый песок и шлаковый песок в количестве 25% по объему взамен кварцево-полевошпатового песка.

Сохранение первичной поровой структуры при транспортировании готовой смеси и укладки в опалубку стеновых конструкций зависит от реологических характеристик пенобетонной смеси [1, 25]. Оценка реологических свойств пенобетонных смесей

Таблица 4
Влияние пористых заполнителей на свойства пенобетонной смеси

Состав	Плотность пенобетонной смеси, кг/м³	Диаметр расплыва пенобетонной смеси, см
Контрольный	726	13,0
Керамзитовый песок 25%	720	14,0
Керамзитовый песок 50%	656	12,0
Керамзитовый песок 75%	632	11,0
Шлаковый песок 25%	689	13,5
Шлаковый песок 50%	654	16,5
Шлаковый песок 75%	631	17,5

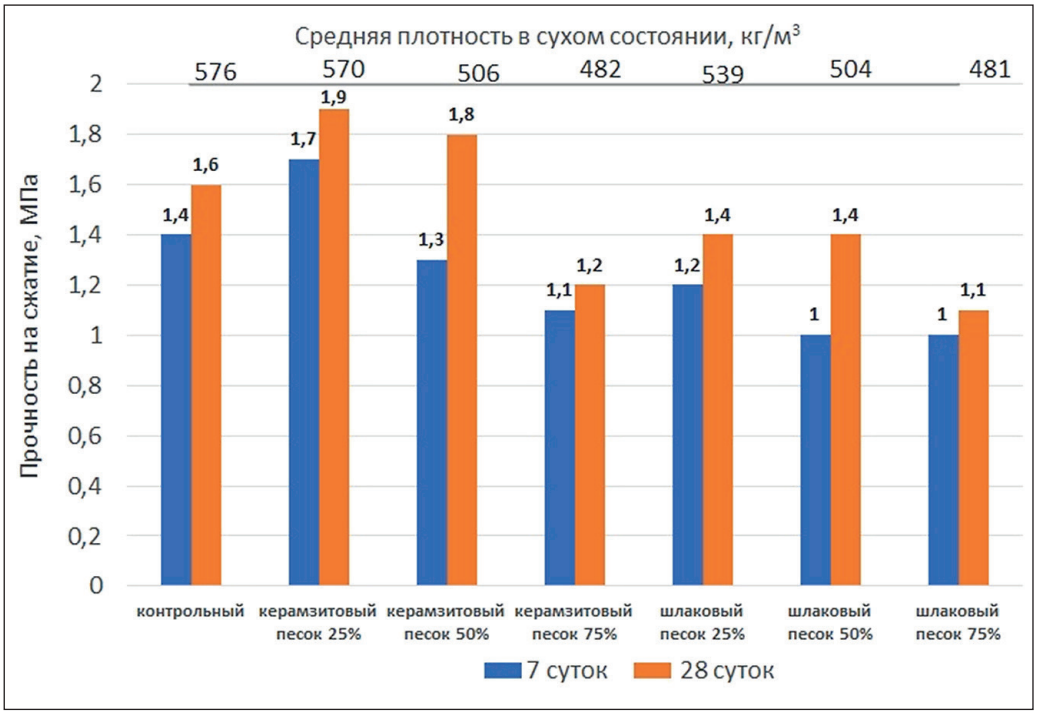


Рис. 1. **Влияние пористых песков на свойства пенобетона**

необходима при управлении технологическими процессами производства монолитных строительных конструкций. Для достижения необходимой подвижности пенобетонной смеси при транспортировании, заливки смеси в опалубку (съемная или несъемная), а также реализации принципов эмерджментности при управлении структурообразованием предлагается вводить в смесь эффективные пластификаторы [25, 27]. Для достижения требуемой подвижности (диаметра расплыва) пенобетонной смеси при проведении исследований использовались несколько видов суперпластификаторов, применяемых в производстве строительных материалов, с рекомендуемой дозировкой 0,5% от массы цемента. Результаты исследований влияния пластифицирующих добавок на свойства цементной пенобетонной смеси и пенобетона с керамзитовым песком приведены в табл. 5.

При введении пластифицирующих добавок происходит увеличение диаметра расплыва (подвижность), при этом снижается прочность пенобетона. Применение пластификатора Штайберг МР-4 обеспечивает наилучшую подвижность пенобетонной смеси 18 см, при этом наблюдается наименьшее снижение прочностных характеристик.

При введении пластификатора Реламикс Т2 расплыв пенобетонной смеси практически увеличился в два раза, смесь неустойчива, сформировавшиеся поры захлопываются, что приводит к уменьшению объема готовой смеси, понижению средней плотности смеси на 18% и прочности на сжатие пенобетона в 28-суточном возрасте в 3 раза по сравнению с контрольным составом.

Наибольшее снижение средней плотности на 23% по сравнению с контрольным составом наблюдает-

Таблица 5

Влияние пластифицирующих добавок на свойства пенобетонной смеси и пенобетона с керамзитовым песком

Вид добавки	Плотность пенобетонной смеси, кг/м^3	Диаметр расплыва пенобетонной смеси, см	Предел прочности пенобетона при сжатии в возрасте 7 суток, МПа	Предел прочности пенобетона при сжатии в возрасте 28 суток, МПа
Контрольный состав	726	13,0	1, 37	1,60
Штайнберг МР-4	617	18,0	1,03	1,38
GROS-63MR	560	23,5	0,76	0,99
Реламикс Т2	596	20,0	0,21	0,52

ся в пенобетонной смеси с добавкой GROS-63 MR. В пенобетонной смеси освобождается некоторое количество воды (водоредуцирующий эффект) и увеличивается пенообразующая способность смеси.

Для дальнейших исследований по повышению качества пенобетона использовался пластификатор Штайнберг МР-4 в количестве 0,5% от массы цемента.

В целях прогноза возможности селективного повышения качества пенобетонной смеси и бетона путем введения одновременно пластифицирующей добавки и пористого заполнителя были проведены исследования с комбинированными добавками, включающими суперпластификатор Штайнберг МР-4 и пористые заполнители в количестве 25% по объему взамен кварцевого песка с учетом насыпной плотности заполнителей.

Введение заполнителя в состав пенобетонной смеси с пластификатором может обеспечить требуемые реологические параметры и повысить агрегативную устойчивость смеси, повысить прочность затвердевшего пенобетона [27]. Результаты исследований применения комбинированной добавки в пенобетонной смеси представлены в табл. 6 и на рис. 2.

Введение комбинированных добавок в пенобетонную смесь позволило увеличить диаметр расплыва смеси в 1,5 раза без существенного изменения средней плотности пенобетонной смеси.

При совместном применении пластификатора Штайнберг МР-4 с керамзитовым песком в количестве 25% по объему взамен кварцевого песка прочность образцов пенобетона по сравнению с контрольным повышается на 40 и 85%, а со шлаковым песком на 40 и 79% в 7 и 28-суточном возрасте, соответственно. При этом коэффициент вариации по прочности на сжатие уменьшается с 12,7 до 8,4 с керамзитовым песком, 9,6 шлаковым песком, что характеризует повышение однородности структуры пенобетона с комбинированным заполнителем.

Таким образом, при использовании комбинированной добавки с керамзитовым песком класс пенобетона по прочности на сжатие повышается с В1 до В2, а шлакового песка – с В1 до В1,5 при сохранении марки по средней плотности D600.

Результаты исследований теплопроводности пенобетона с комбинированными добавками представлены в табл. 7.

Таблица 6

Влияние комбинированной добавки на свойства пенобетонной смеси

Вид добавки	Плотность пенобетонной смеси, кг/м³	Диаметр расплыва пенобетонной смеси, см
Контрольный состав	726	13
Керамзитовый песок + МР-4	725	17,5
Шлаковый песок + МР-4	733	16,5

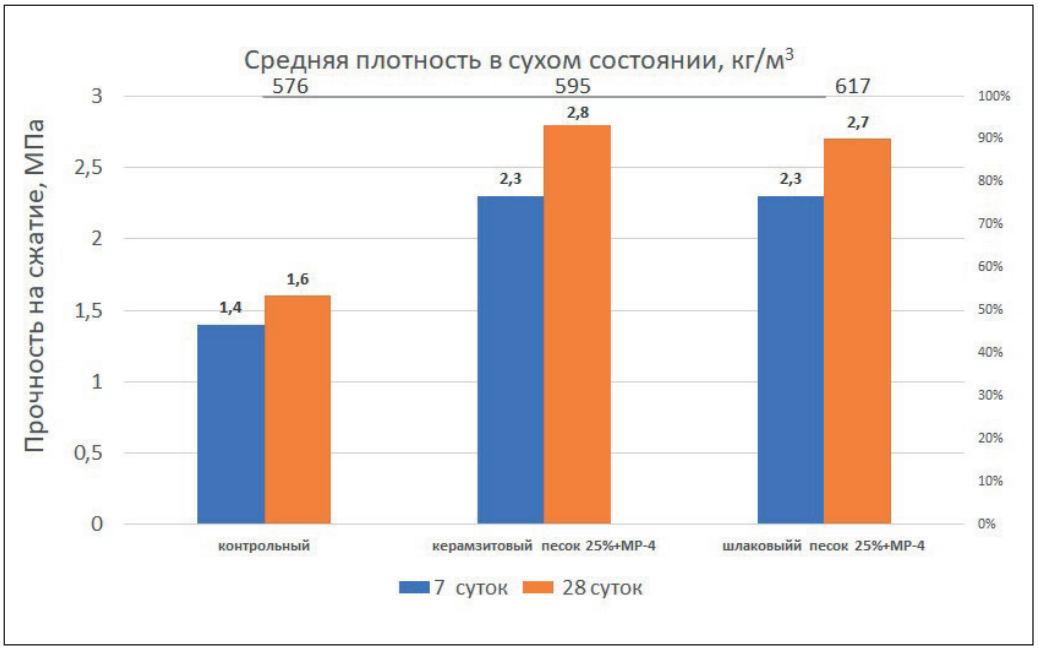


Рис. 2. **Влияние комбинированной добавки на свойства пенобетона**

Таблица 7
Коэффициент теплопроводности пенобетона с комбинированными добавками

Вид пенобетона	Коэффициента теплопроводности, Вт/м • °С	
	при влажности 25%	в сухом состоянии
Контрольный	0,180	0,142
Керамзитовый песок + МР-4	0,166	0,133
Шлаковый песок + МР-4	0,108	0,086

Таблица 8
Составы пенобетонов с комбинированными добавками для промышленного использования

Вид пенобетона	Расход исходных материалов на 1 м³					
	цемент, кг	песок, кг	вода, л	Пенообразователь, л	Суперпластификатор Штайнберг МР-4, кг	Пористый заполнитель, кг
С применением керамзитового песка	350	110	240	1,65	1,75	22
С применением шлакового песка	340	120	240	1,60	1,70	20

Эффективность теплозащиты ограждающих конструкций зданий из пенобетона зависит от характеристик пористой структуры: от содержания, размеров и равномерности распределения пор и влажности [1]. Визуальные исследования пористой структуры полученных образцов с добавками показали достаточно однородную структуру пенобетонов. Как следует из табл. 7, наименьшим коэффициентом теплопроводности (0,086 Вт/м • °С) обладает пенобетон с комбинированной добавкой с шлаковым песком. Анализируя полученные результаты, можно сделать вывод, что коэффициент теплопроводности пенобетона с комбинированной добавкой ниже контрольного и соответствует нормативным значениям для конструкционно-теплоизоляционного пенобетона марки D600. Все это в совокупности доказывает эффективность пенобетонов с исследованными пористыми заполнителями [28].

Для промышленного применения научных результатов в технологиях монолитного ИЖС разработаны составы цементного пенобетона с комбинированными добавками (табл. 8).

ВЫВОДЫ

1. Установлено, что при замене 25% по объему кварцево-полевошпатового песка в пенобетонной смеси керамзитовым песком, с учетом насыпной плотности, прочность на сжатие пенобетона в возрасте 28 суток повышается на 16%, а при введении 25% шлакового песка – на 11% по сравнению с контрольным составом.

2. При использовании комбинированных добавок, включающих суперпластификатор Штайнберг МР-4 (0,5%) и минеральный пористый заполнитель (25%), класс по прочности на сжатие пенобетона повышается с В1 до В2 (с кварцево-полевоошпатовым песком) и с В1 до В1,5 (с шлаковым песком) при сохранении марки по средней плотности D600.

3. Установлено, что использование пористых заполнителей (25% по объему) совместно с суперпластификатором Штайнберг МР-4 в количестве 0,5% от массы цемента позволяет снизить коэффициент теплопроводности пенобетона до 17% по сравнению с контрольным составом.

4. Установлено, что при структурообразовании пенобетона с комбинированными добавками, включающими минеральный пористый заполнитель и суперпластификатор, проявляется синергетический эффект при формировании технологических и эксплуатационных характеристик, что позволило разработать рекомендации по использованию разработанного состава конструкционно-теплоизоляционного пенобетона повышенного качества в монолитном индивидуальном строительстве жилья.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Стешенко А.Б., Кудяков А.И., Иноземцев А.С., Иноземцев С.С. Управление структурообразованием поризованных цементных композиций при изготовлении теплоэффективных ограждающих конструкций повышенного качества // *Нанотехнологии в строительстве*. 2023. Т. 15. № 5. С. 408–417. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-5-408-417

2. Guanzheng Zh., Ray Kai L.S. A review on durability of foam concrete // *Buildings*. 2023; 13: 1880. https://doi.org/10.3390/buildings13071880

3. Markin V., Nerella V.N., Schröfl C., Guseynova G. and Mechtcherine V. Material design and performance evaluation of foam concrete for digital fabrication. *Materials*. 2019; 12: 2433. https://doi.org/10.3390/ma12152433

4. Telichenko V.I., Benuzh A.A., Rud N.S. Indoor air quality requirements for civil buildings in russian regulations in comparison with international green standards. *International Journal for Computational Civil and Structural Engineering*. 2021; 17 (1): 98-107. https://doi.org/10.22337/2587-9618-2021-17-1-98-107

5. Gencel O., Bilir T., Bademler Z., Ozbakkaloglu T. A detailed review on foam concrete composites: ingredients, properties, and microstructure. *Appl. Sci*. 2022; 12: 5752. https://doi.org/10.3390/app12115752

6. Eliseeva N., Eliseev N. Regulation of foam stability for non-autoclave foam concrete with additives of colloidal nature. *International Scientific Siberian Transport Forum TransSiberia. Lecture Notes in Networks and System*. 2021; 402. https://doi.org/10.1007/978-3-030-96380-4_15

7. Guanzheng Zhou, Su R.K.L. A review on durability of foam concrete. *Buildings*. 2023; 13(7):1880. https://doi.org/10.3390/buildings13071880

8. Oreshkin D.V., Chebotaev A.N., Perfilov V.A. Disposal of drilling sludge in the production of building materials. *Procedia Engineering*. 2015; 111: 607—611. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.07.053

9. Стешенко А.Б., Кудяков А.И., Копаница Н.О. Structural and heat insulating foam concrete made with drill cuttings // *Journal Cement and its Applications*. 2023. № 6. С. 69–71. https://doi.org/10.61907/cia.2023.53.63.001

10. Курмангалиева А.И., Аниканова Л.А., Кудяков А.И., Стешенко А.Б., Бурьянов А.Ф., Лукьянова Н.А., Иноземцев А.С., Иноземцев С.С. Формирование пористых структур в технологии производства строительных материалов на основе строительного гипса // *Нанотехнологии в строительстве*. 2023. Т. 15. № 4. С. 319–327. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2023-15-4-319-327

11. Кудяков А.И., Прищепа И.А., Осипов С.П. Цементный пенобетон неавтоклавного твердения с термомодифицированной торфяной добавкой // Строительные материалы. 2022. №12, №1-2. С. 40–49. https://doi.org/ 10.31659/0585-430X-2022-799-1-2-40-49

12. Dien V.K., Ly N.C., Lam T.V., Bazhenova S.I. Foamed concrete containing various amounts of organic-mineral additives. *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series*. 2019; 1425: 012199. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1425/1/012199

13. Кудяков А.И., Стешенко А.Б., Душенин Н.П., Рябцева Н.Е. Теплоизоляционный цементный пенобетон неавтоклавного твердения с золой гидроудаления // *Вестник Томского государственного архитектурно-строительного университета*. 2021. Т. 23. № 5. С. 105-117. https://doi.org/10.31675/1607-1859-2021-23-5-105-117

14. Yakovlev G., Polyanskikh I., Pudov I., Saidova Z., Drochytka R., Skripkiunas G., Karpova E., Urkhanova L., Elrefai A.E.M.M. Effect of ultrafine additives on the morphology of cement hydration products. *Crystals*. 2021; 11 (8): 1002. https://doi.org/10.3390/cryst11081002

15. Inozemtcev A., Korolev E., Duong T.Q. Conditions for selection of superabsorbent polymer hydrogel for cement compositions. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2023; 108 (2): 256-262. https://doi.org/10.1007/s10971-022-05803-2

16. Song N., Li Zh., Yi W., Wang Sh. Properties of foam concrete with hydrophobic starch nanoparticles as foam stabilizer. *Journal of Building Engineering*. 2022; V. 56: 104811. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.104811

17. Урханова Л.А., Лхасаранов С.А., Буянтуев С.Л., Хардаев П.К. Применение композиционных вяжущих и наномодификаторов для получения фибробетона // *Нанотехнологии в строительстве*. 2018. Т. 10. № 6. С. 91–107. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2018-10-6-91-107

18. Li Hou, Jun Li, Zhongyuan Lu, Yunhui Niu, et al. Effect of nanoparticles on foaming agent and the foamed concrete. *Construction and Building Materials*. 2019; Vol. 227: 116698.

19. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Ryabtseva N.E. Cement based foam concrete with hardening accelerators. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng*. 2020; 911: 012003. https://doi.org/10.1088/1757-899X/911/1/012003

20. Obukhova S., Korolev E., Gladkikh V. The influence of single-walled carbon nanotubes on the aging performance of polymer-modified binders. *Materials*. 2023; (16) 24: 7534. https://doi.org/10.3390/ma16247534

21. Hao Y., Yang G., Liang K. Development of fly ash and slag based high-strength alkali-activated foam concrete. *Cement and Concrete Composites*. 2022; V. 128: 104447. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104447

22. Степаненко М.А., Маркова И.Ю., Строкова В.В., Марков А.Ю. Оценка активности зол-уносов различного состава как минеральных добавок для цементных систем // *Известия высших учебных заведений. Строительство*. 2023. № 11 (779). С. 50-59. https://doi.org/10.32683/0536-1052-2023-779-11-50-59

23. Kim D.V., Bazhenova S.I., Nguyen T.Ch., Tang V.L., Do M.Ch., Le V.L., Hoang M.Th. Insulation properties and performance of foam concrete using blast furnace slag. *Structural integrity and life*. 2022; Vol. 22 (1): 48–56.

24. Steshenko A.B., Kudyakov A.I., Lukyanchikov S.A., Nasyrov V.A. Construction and heat-insulating foam concrete with the use of drilling sludge. *AIP Conf. Proc*. 2022; 2696: 020008-1–020008-5. https://doi.org/10.1063/5.0117016

25. Steshenko A.B., Simakova A.S., Inozemtcev A.S., Inozemtcev S.S. Structural and heat insulating cement-based concrete with complex glyoxal based additive. *Nanotechnologies in Construction*. 2022; 14 (5): 353-362. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-5-353-362

26. Strokova V.V., Markova I.Yu., Markov A.Yu., Stepanenko M.A., Nerovnaya S.V., Bondarenko D.O., Botsman L.N. Properties of a composite cement binder using fuel ashes. *Key Engineering Materials*. 2022; 909 KEM: 184-190. https://doi.org/10.4028/p-tm4y4j

27. Xiong Y., Pang B., Liu Zh., Liu Ch., Hu Zh, Liguo Ma L. Effect of foam temperature on foam stability of foamed concrete and stabilization mechanisms. *Journal of Building Engineering*. 2023; 77(6): 107492. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.107492

28. Ilina L., Kudyakov A., Rakov M. Aerated dry mix concrete for remote northern territories. *Journal of Civil Engineering*. 2022; 5 (113): 11310. https://doi.org/10.34910/MCE.113.10

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Стешенко Алексей Борисович – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры строительных материалов и технологий, Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия, steshenko.alexey@gmail.com, https://orcid.org/0000-0002-2468-3147

Кудяков Александр Иванович – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры строительных материалов и технологий, Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия, kudyakow@mail.tomsknet.ru, https://orcid.org/0000-0002-8927-6833

Иноземцев Александр Сергеевич – кандидат технических наук, доцент, научный сотрудник Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии», Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет, Москва, Россия, InozemcevAS@mgsu.ru, https://orcid.org/0000-0001-7807-688X

Иноземцев Сергей Сергеевич – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры строительного материаловедения, Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет, Москва, Россия, inozemtsevss@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-2965-0846

ВКЛАД АВТОРОВ

Стешенко Алексей Борисович – проведение экспериментальной работы; сбор и обработка экспериментальных данных; визуализация результатов исследования; написание исходного текста статьи; составление итоговых выводов.

Кудяков Александр Иванович – научное руководство; разработка концепции и развитие методологии исследования; анализ результатов исследования; составление итоговых выводов.

Иноземцев Александр Сергеевич – литературный обзор, обработка и анализ экспериментальных данных.

Иноземцев Сергей Сергеевич – литературный обзор, обработка и анализ экспериментальных данных.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 09.07.2024; одобрена после рецензирования 06.08.2024; принята к публикации 12.08.2024.

THE STUDY OF THE PROPERTIES OF NANOMATERIALS

Original article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-329-341

CC BY 4.0

The effect of fiber activation on the surface properties of a photocatalytic composite material based on it

Valeria V. Strokova *, Sofia V. Nerovnaya, Yulia N. Ogurtsova, Ekaterina N. Gubareva
Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia
* Corresponding author: e-mail: vvstrokova@gmail.com

ABSTRACT

Introduction. The active development of construction technologies entails the need to improve the properties of traditional materials, including giving them specific functional characteristics such as photocatalytic activity. One of the promising methods for solving this problem is the introduction of specialized additives into standard building mixes, which include photocatalytic composite materials. Within the framework of this article, the influence of various methods of fiber activation on the surface properties of a photocatalytic composite material created on its basis is considered. **Materials and research methods.** The effect of pre-activation of basalt (BF), glass (GF) and glass alkali-resistant (GAF) fibers on the surface properties of photocatalytic composite materials (PCM) based on them has been studied. The activation of the fiber surface consisted in thermal (T) and chemical (AA) treatment. The research methodology included: analysis of changes in the concentration of active centers of Brensted acids on the fiber surface before and after activation of their surface, after direct deposition of titanium dioxide on the obtained samples of various types of fibers, followed by an assessment of morphological changes. **Results and discussions.** The following growth trend has been established for the total number of active centers for PCM: PCM(BF+T) → PCM(GF+AA) → PCM(BF+AA) → PCM(GAF+AA) → PCM(GF) → PCM(GAF+T) → PCM(GAF) → PCM(GF+T) → PCM(BF). According to the results of scanning electron microscopy, it was found that PCM(GF) and PCM(GAF+T) are characterized by a more uniform distribution of titanium dioxide particles over the entire surface of the fiber, creating a film-like appearance, unlike samples of PCM(BF) and PCM(GF), as well as PCM(GAF+AA), on which titanium dioxide particles are unevenly distributed, forming growths or aggregates. The analysis showed that sol-gel deposition of titanium dioxide has a significant effect on the properties of the fiber surface, which may affect the physical and mechanical characteristics of composites and their ability to self-clean, and should be taken into account when developing new functional materials with photocatalytic properties. **Conclusion.** The results obtained made it possible to evaluate the effectiveness of activation of the fiber surface for subsequent use as a substrate in the composition of photocatalytic composite materials.

KEYWORDS: fiber, surface activation, active centers of Brensted acids, titanium.

NOWLEDGEMENTS. The work was realized within the framework of the implementation of the state task of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation No. FZWN-2023-0006 using equipment of High Technology Center at BSTU named after V.G. Shukhov.

FOR CITATION:
Strokova V.V., Nerovnaya S.V., Ogurtsova Y.N., Gubareva E.N. The effect of fiber activation on the surface properties of a photocatalytic composite material based on it. *Nanotechnologies in construction*. 2024; 16(4): 329–341. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-329-341. – EDN: GTXKCV.

INTRODUCTION

Plaster materials play a key role in modern construction, providing not only aesthetic design of buildings, but also protection of their surfaces from atmospheric influences, moisture and mechanical damage. However, due to the high requirements for the functional characteristics of such materials, in recent years more and more attention has been paid to the development of innovative formulations with additional properties such as self-cleaning, protection from UV radiation, antibacterial properties, etc. [1, 2].

One of the promising directions in this field is the creation of plaster mixtures with self-cleaning properties due to the use of initiators of photocatalytic decomposition of pollutants in their composition. Photocatalytic materials

© Strokova V.V., Nerovnaya S.V., Ogurtsova Y.N., Gubareva E.N., 2024

capable of decomposing organic pollutants and improving air quality are becoming increasingly in demand in the construction industry, especially in urban environments, where environmental problems and environmental pollution are more relevant than ever. However, the use of a "pure" photocatalytic material in the form of a nanoscale anatase in the composition of a plaster mixture has a number of technological problems, including difficulties with the uniform distribution of the additive, its effect on hydration processes and deterioration of the physical and mechanical properties of the material. The solution to these problems lies in the use of photocatalytic composite materials (PCM), which is a more effective way to ensure the self-cleaning properties of building materials both in terms of photocatalytic activity and in terms of achieving improved physical and mechanical characteristics and durability.

In previous studies [3–6], the possibility of obtaining photocatalytic composite materials using various natural and man-made silica materials as a substrate for nanoscale anatase formed during sol-gel deposition of titanium compounds with subsequent heat treatment was considered. These materials included sedimentary organogenic and chemogenic rocks, as well as man-made pozzolans, such as pyrogenic waste – microsilica. Synthesis and deposition in the sol-gel process allows titanium dioxide to be evenly distributed on the substrate surface, creating a functional photocatalytically active layer with certain acid-base characteristics. The use of a photocatalytic composite material (PCM) of "the silica component (core) – anatase (shell)" system in cement-based building composites demonstrates high efficiency due to the synergy of the Pozzolanic reaction and photocatalytic activity.

In the development of PCM, the selection and characterization of raw materials that act as carriers of the photocatalytic agent is of critical importance. In previous studies [7–10], important criteria for the starting materials were identified, including a high degree of amorphization, uniform granulometric composition and significant chemical activity of the surface. These properties ensure maximum efficiency of the photocatalytic decomposition of pollutants due to the optimal interaction of ultraviolet radiation with the photocatalytic agent on the surface of the building composite.

Based on the requirements for the carrier and the task of increasing the amount of photocatalytic agent on the surface of the product, a hypothesis has been proposed about the possibility of using fibrous fillers as a substrate for creating PCM. This type of functional additives, on the one hand, provides micro-reinforcement of the cement matrix, positively affecting the physico-mechanical properties of the plaster solution, and, on the other, fiber, creating an additional microrelief protruding on the surface of the cement matrix, and being coated with a photocatalyst, will increase the interaction area for photocatalytic reactions.

However, in order to effectively interact titanium dioxide with fiber during deposition and achieve the desired photocatalytic properties of PCM, it may be advisable to pretreat (activate) the fiber surface. At the same time, it is important to maintain the activity of the fiber surface, which is not coated with titanium dioxide to ensure its fixation in the cement matrix of the plaster material.

To assess the effectiveness of titanium dioxide deposition on the fiber surface, studies of the acid-base properties of the fiber surface can be carried out, followed by comparison with the initial parameters. The combination of acid-base properties of a substance is one of the characteristics that reflects the reactivity of the surface in the donor-acceptor interaction. At the same time, understanding the deposition process will help optimize the synthesis process and improve the properties of the final material.

The studies described in [11] were aimed at determining the surface acid-base properties of various fibers both in the initial state and after processing (modified). Treatment is understood as modeling the conditions of deposition of a photocatalytic agent on a substrate in accordance with pre-set parameters of sol-gel synthesis of TiO_2, i.e. temperature exposure of 550 °C and exposure in an acidic environment. As a result of the study, it was revealed how the total number of adsorption centers varies depending on the type of fiber and the applied effect. It has been found that the heat treatment of basalt and glass fibers increases the concentration of active centers to 50–60%. However, for glass alkali-resistant fibers, such treatment has a negative effect on their activity. On the contrary, chemical treatment improves the surface activity of alkali-resistant fibers, while for other types of fibers there is no increase in the number of active centers.

This work is a continuation of previously performed studies [11] and is aimed at assessing the effect of various types of modification (activation) of the fiber surface occurring during the production of PCM on the nature of changes in the acid-base properties of both the fibers themselves of various types and PCM based on them for the introduction of the latter into the composition of plaster mixtures.

METHODS AND MATERIALS

To develop a photocatalytic composite material of the «fiber – anatase» system, the technology described in previous studies [4–6, 12] devoted to the creation of a photocatalytic material of the «silica component – anatase» system was applied. The basis of the technique is the sol-gel synthesis of titanium dioxide nanoparticles in anatase modification on a carrier. The formation of the structures of films and/or particles of titanium dioxide

depends on the physico-chemical properties of the reaction mixture, including a titanium precursor (for example, tetrabutoxititane), a solvent (aqueous alcohol solution), and, if necessary, a sol stabilizer (for example, acid). The technological process also provides for high-temperature exposure (up to 550°C) [12].

Characteristics of raw materials

The following raw materials were used for the sol-gel synthesis of titanium dioxide: an aqueous alcohol solution containing 95% ethyl alcohol by volume, corresponding to GOST R 51999-2002 (ZAO RFK, Russia); tetrabutoxititane according to TU 6-09-2738-89 (ZAO PROMKHIMPERM, Russia) with a molecular weight of 340.34 g/mol, mass fraction titanium 14.3%.

The following fibrous fillers were used as a substrate for the photocatalytic material: basalt fiber (BF) produced by OOO Kamenny Vek (Moscow region, Dubna), glass fiber (GF) produced by OOO NZK (Nizhny Novgorod) and glass alkali-resistant fiber (GAF) "ARM STRUCTURE" produced by OOO NPO Structure (Krasnodar). For a correct comparative analysis of various types of fibers, the selection was carried out on the basis of similar geometric parameters, physico-mechanical characteristics and melting temperatures, which should exceed the firing temperature regimes used in the technology of creating a photocatalytic composite material. It should be noted that fibers of organic origin were excluded from consideration due to their low melting point.

To activate the surface of the base under PCM, each of the listed types of fibers was subjected to acid and temperature treatment. For acid treatment, the following were used: nitric acid "KhCh" GOST 4461-77, acetic acid "KhCh" GOST 61-75 and formic acid 85% GOST 5848-73 produced by AO "Baza No. 1 Khimreaktivov". The choice of these types of acids is based on works [13, 14, 15] in which acids were used to change the acid-base characteristics of the surface of silica and aluminosilicate raw materials, including in order to ensure the formation of a chemical bond between the substrate and titanium dioxide during the synthesis of PCM.

Sample preparation

Acid treatment (acid etching) was used to remove part of the surface layer of the material, namely, to create a rough texture, improve adhesion to other materials, activate the surface for subsequent deposition of titanium dioxide. To do this, the initial fiber samples were immersed in acid pre-diluted to a working concentration of 65% for 120 minutes at room temperature. After that, the fiber samples were removed from the solutions and sent to the drying cabinet at a controlled temperature of 70°C until completely dry.

High-temperature processing of the initial fiber samples was carried out in a muffle furnace at a temperature of 550°C for 120 minutes.

To quantify the concentration and distribution of acid-base centers on the surface of materials, a method for determining the distribution of adsorption centers (DAC) using indicators was used [16–20]. From the entire range of indicators, the following indicators with pKa were used in the studies: 0.8 (crystalline purple), 1.3 (diamond green), 2.1 (fuchsin), 2.5 (methanitroaniline), 3.46 (methyl orange), 5.0 (methyl red), 6.4 (bromocresol purple), allowing to assess the acidic activity of the surface according to Brensted, as the most preferable for increasing efficiency: deposition of titanium dioxide, photocatalysis processes and fiber fixation in the cement system [21–24].

The obtained fiber and PCM samples were subjected to a comprehensive analysis to assess the effect of the method of activation of fiber and sol-gel deposited titanium dioxide on the acidic properties of the fiber surface, and the nature of deposition: measurement of the concentration and distribution of Brensted acid centers on the surface using the indicator method (LEKI SS1207 spectrophotometer (LOIP)), analysis of surface morphology using a scanning electron microscopy, supplemented by an analysis of the elemental composition using an energy dispersive spectrometer (TESCAN MIRA 3 LMU scanning electron microscope (TESCAN)).

RESULTS AND DISCUSSION

Previously, the team of authors considered various types of fiber, performed a theoretical ranking from the position of the influence of surface active centers on the physico-chemical interaction with a titanium-containing catalyst [11]. A study of the concentrations of the active centers of Brensted acids on the surface of the fibers under consideration revealed that in their initial state, the glass alkali-resistant fiber has only a slight advantage. However, the chemical composition of the fibers, characterized by a content of silicon and aluminum oxid → es ranging from 70 to 73%, has minimal differences. This correlates with a slight increase in the number of active centers of Brensted acids in the series "basalt fiber → glass fiber → glass alkali-resistant fiber". Such changes correlate with variations in the morphology of the fiber surface: basalt fiber has the smoothest surface, while glass fiber and glass alkali-resistant are characterized by local growths.

At the preliminary stage of the study, a comparison was made of the nature of the effect of three types of acids on fiber modification during etching, as a result of which acetic acid was selected. This choice is justified by the fact that after treatment with other types of acids (nitric, formic) with subsequent deposition of titanium

dioxide on their surface, further use of the obtained materials is impossible due to the loss of physico-mechanical properties, namely an increase in brittleness, followed by unintentional compaction/gluing of fibers during the deposition of titanium dioxide (Fig. 1, areas circled with a red marker), which is unacceptable for further use in the composition of the plaster mixture, since it leads to an uneven distribution of PCM.

As a result, a comparative analysis of the following types of materials was carried out:

– fiber in its initial state: basalt fiber (BF), glass fiber (GF), glass alkali-resistant fiber (GAF);
– fiber subjected to heat treatment at 550°C for 120 minutes: basalt fiber (BF+T), glass fiber (GF+T), alkali-resistant glass fiber (GAF+T);
– fiber subjected to acid treatment at a concentration of acetic acid of 65% for 120 minutes: basalt fiber (BF+AA), glass fiber (GF+AA), glass alkali-resistant fiber (GAF+AA);
– photocatalytic composite material based on various types of fiber, respectively: PCM(BF), PCM(GF), PCM(GAF), PCM(BF+T), PCM(GF+T), PCM(GAF+T), PCM (BF+AA), PCM(GF+AA), PCM(GAF+AA).

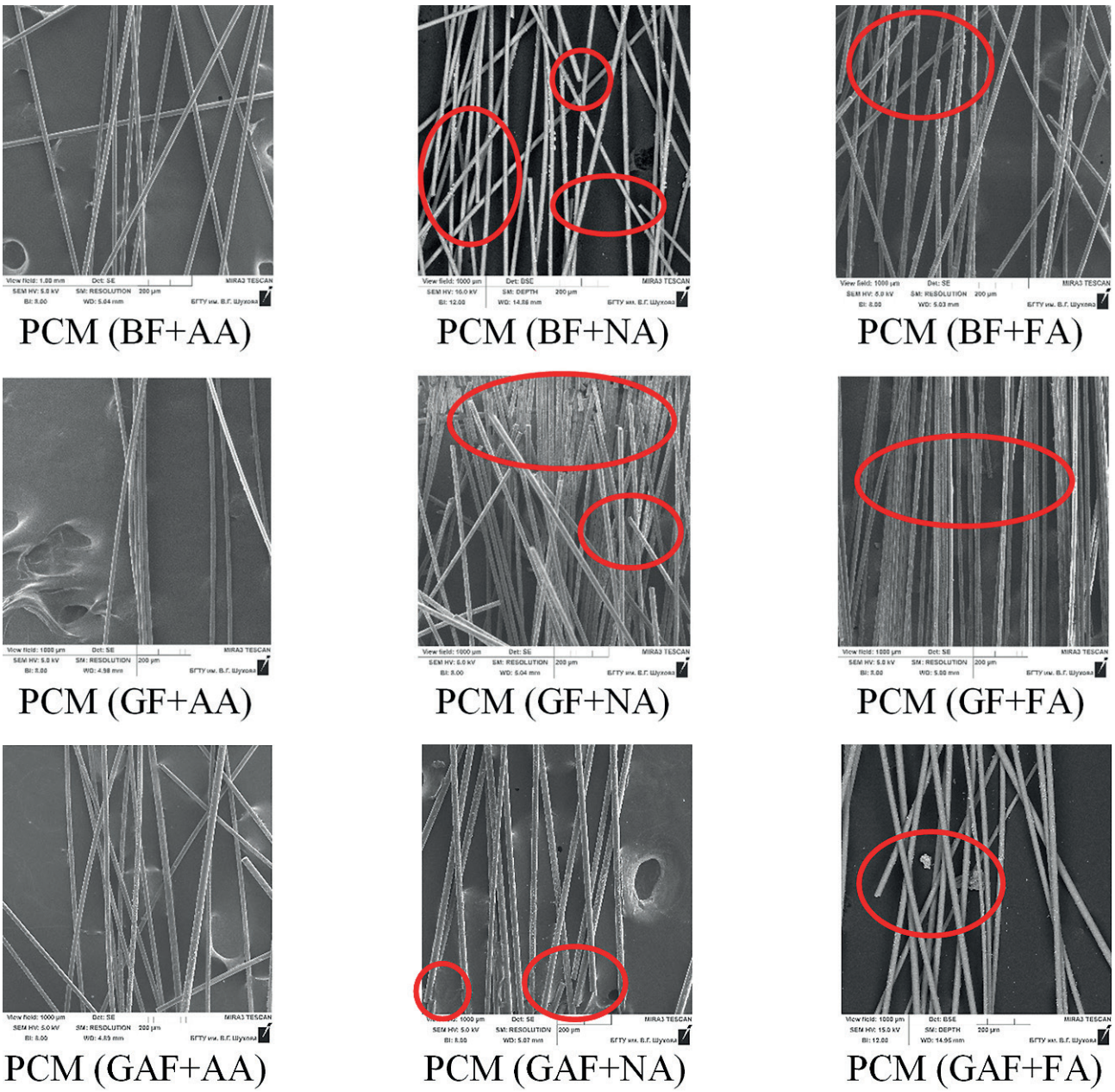


Fig. 1. **The effect of acid treatment on the surface morphology and structure of PCM depending on the type of acid and fiber:** AA – acetic acid; NA – nitric acid; FA – formic acid

Properties of the fiber surface

The analysis of the results obtained in this work showed that after deposition of titanium dioxide on micro-reinforcing fibers, changes in the activity of their surface occur. There are significant changes in the number of active centers of Brensted acids on the surface of fibers, which indicates a modification of their surface.

To visually demonstrate the distribution of adsorption centers in the area of Brensted acids (pKa = 0–7) on the surface of the samples, the results are presented separately for each type of fiber (Fig. 2). It should be emphasized that the data for the dissociation constant pKa = 0.8 are not displayed due to their insignificant numerical values.

Fig. 2–3 show the results of determining the distribution and concentration of Brensted acid centers and

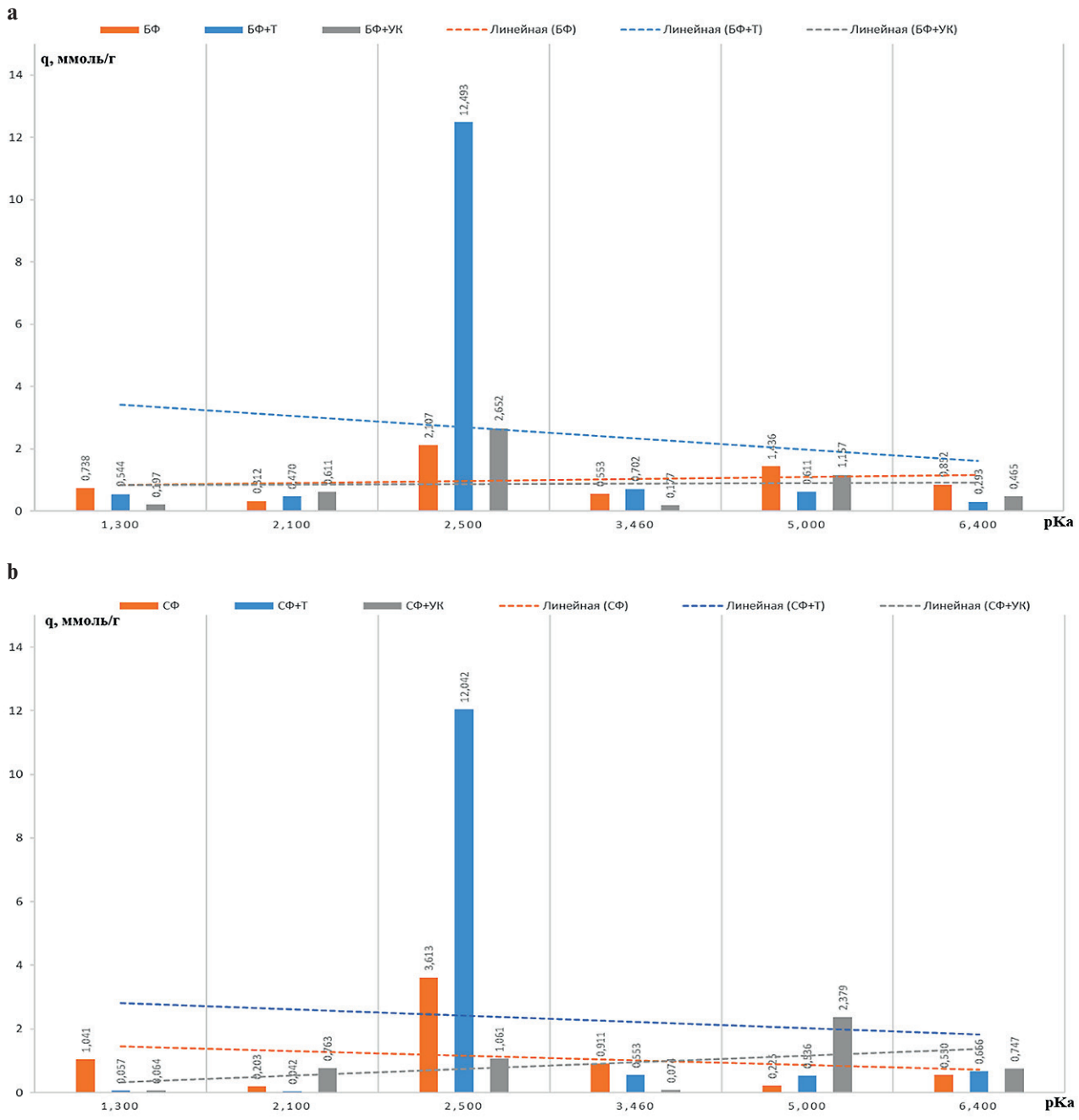


Fig. 2. **Distributions and concentration of adsorption centers in the area of Brensted acids on the surface of samples of various fibers (initial, subjected to thermal and acid treatment):** a – basalt; b – glass; c – glass alkali-resistant

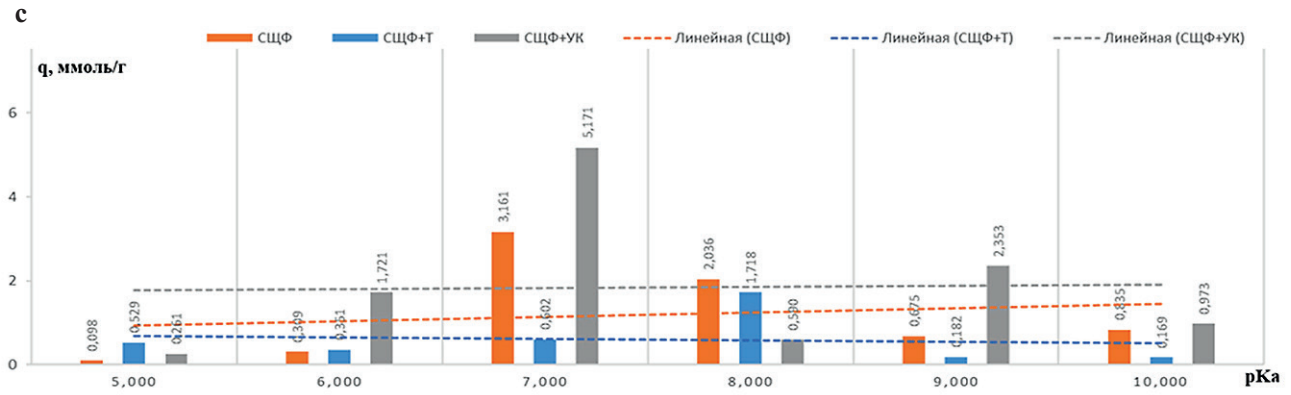


Fig. 2. **The End**

microstructural surface features for the initial fibers, as well as those subjected to thermal and acid treatment.

The distribution of adsorption centers on the surface of basalt fiber (see Fig. 2, *a*) shows a slight decrease in the total number of acid centers of samples subjected to acid treatment and an increase in the number of centers of samples subjected to heat treatment relative to the initial fiber by almost 2.5 times. These indicators correlate with the statement that as the surface roughness increases, its activity increases (see Fig. 3, *a*).

Similarly, as for basalt, for glass fiber there is a tendency to increase by 2.1 times the number of active centers

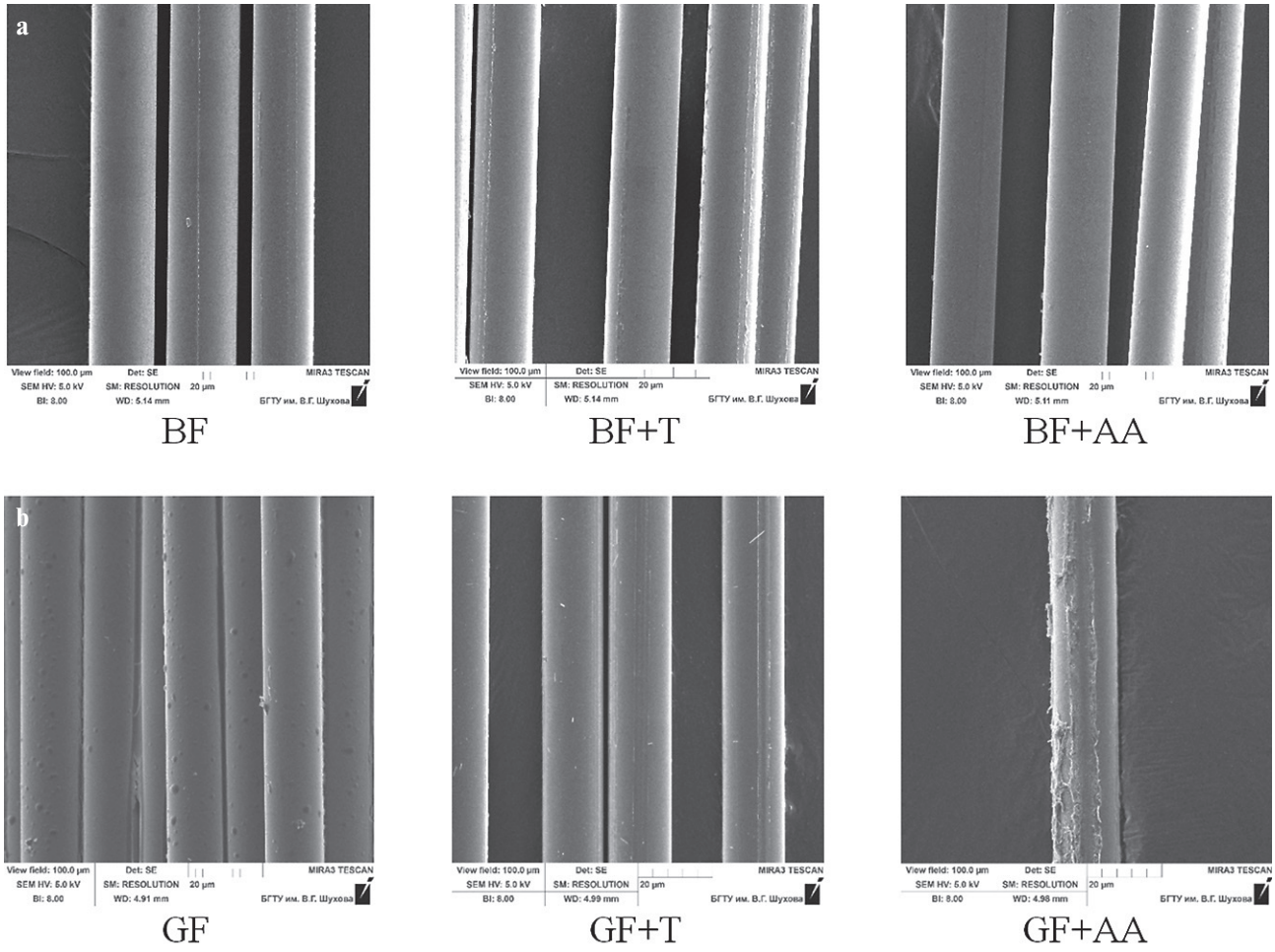


Fig. 3. **The effect of the activation method on the change in the microstructure of the surface of various types of fiber:** a – basalt; b – glass; c – glass alkali-resistant

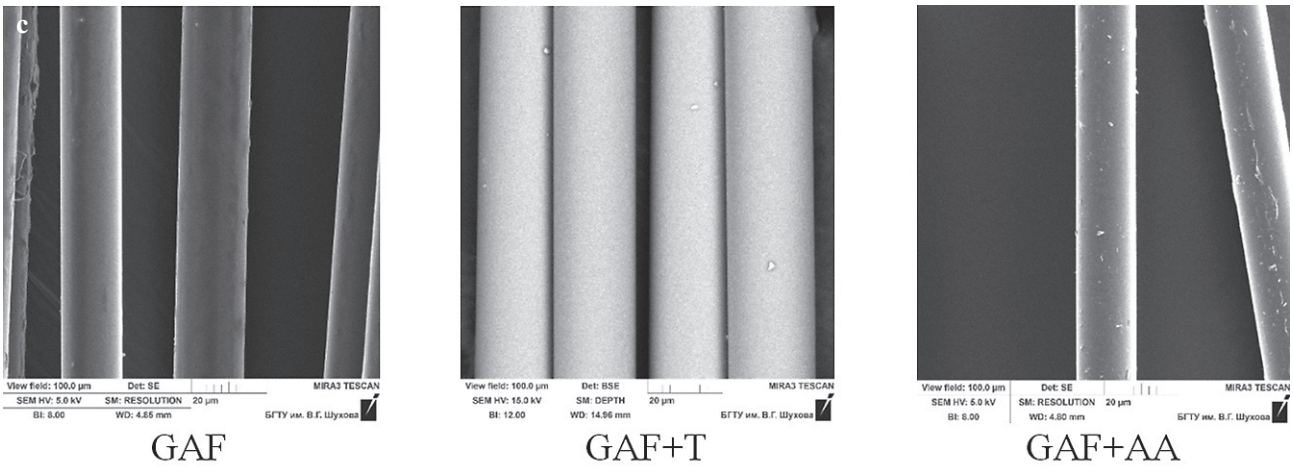


Fig. 3. **The End**

after heat treatment (see Fig. 2, *b*). There is an increase in the number of adsorption centers of the sample subjected to acid treatment in the pKa: 2.1; 5.0; 6.4. At the same time, the total number of acid centers of the GF+AA sample decreased by 1.3 times.

In the process of acid etching, it was possible to increase the surface roughness of the glass fiber (see Fig. 3, *b*), but there is no significant effect on the change in the number of adsorption centers on the surface. Nevertheless, it should be noted that, as in the case of basalt fiber, there was an increase in the number of adsorption centers after activation of the surface by heat treatment.

In the case of glass alkali-resistant fiber, the opposite effect is observed: the number of active centers in samples subjected to surface activation by acid etching increases by 1.6 times and decreases by 2 times after heat treatment (see Fig. 2, *c*). At the same time, there are no significant visible changes (see Fig. 3, *c*).

PCM Surface Properties

Analysis of the results of the distribution of active adsorption centers on the surface of a photocatalytic composite material based on basalt fiber (PCM(BF)) (Fig. 4, *a*) revealed a significant predominance of indicators with a dissociation constant pKa = 2.5. There is also a slight increase in active centers on the surface of PCM based on basalt fiber treated with acetic acid PCM (BF+AA). However, other indicators are characterized by a decrease in the number of active centers for all PCM. With respect to the total number of acid centers, the obtained PCM based on basalt fiber can be arranged from the smallest to the largest as follows: PCM(BF+T) → PCM(BF+AA) → PCM (BF).

Consider the distribution of active adsorption centers on the surface of a glass fiber-based PCM (GF)) (Fig. 4, *b*). As in the case of basalt fiber, there is a predominance of peak values at pKa = 2.5, which indicates the activity of Brensted acid centers. For indicators with pKa = 5 and pKa = 6.4, an increase in the number of active centers is observed for some samples, while in areas with pKa = 1.3 and pKa = 2.1, there is a decrease in the number of centers relative to the initial fiber (see Fig. 2, *b*). In this group, glass fiber-based PCM samples will be positioned as the total number of active centers increases as follows: PCM (GF+AA) → PCM (GF) → PCM (GF+T).

Regarding the distribution of adsorption centers on the surface of PCM samples based on glass alkali-resistant fiber (Fig. 4, *c*), a smoother distribution of active centers can be noted both on the surface of the initial fiber (see Fig. 2, *c*) and on the surface of PCM(GAF). An increase in the concentration of active centers in the area of indicators pKa =1.3; 2.1; 6.4 was recorded in PCM(GAF) samples, while a decrease relative to the initial fiber was observed in other areas of the area of Brensted acid centers. The growth trend of the total number of active centers for PCM based on glass alkali-resistant fiber is as follows: PCM (GAF+AA) → PCM (GAF+T) → PCM (GAF).

To summarize the data obtained, general information is presented on the number of active Brensted acid centers on the surface of various types of fibers when they are used as carriers in the sol-gel synthesis of titanium dioxide, as well as on the basis of a photocatalytic composite material (Table 1). An analysis of the concentrations of the active centers of Brensted acids on the surface of the studied fibers in the initial state showed that they did not differ significantly under initial conditions, except for a slight advantage in glass alkali-resistant fiber. However, after deposition of titanium dioxide on their surface, an increase in active centers is observed in the following sequence of PCM: based on glass fiber → glass alkali-resistant → basalt fiber.

Basalt fiber subjected to heat treatment followed by deposition of titanium dioxide on the surface showed the least results, since the number of active centers on the PCM decreased by 8.4 times. A slight decrease in the

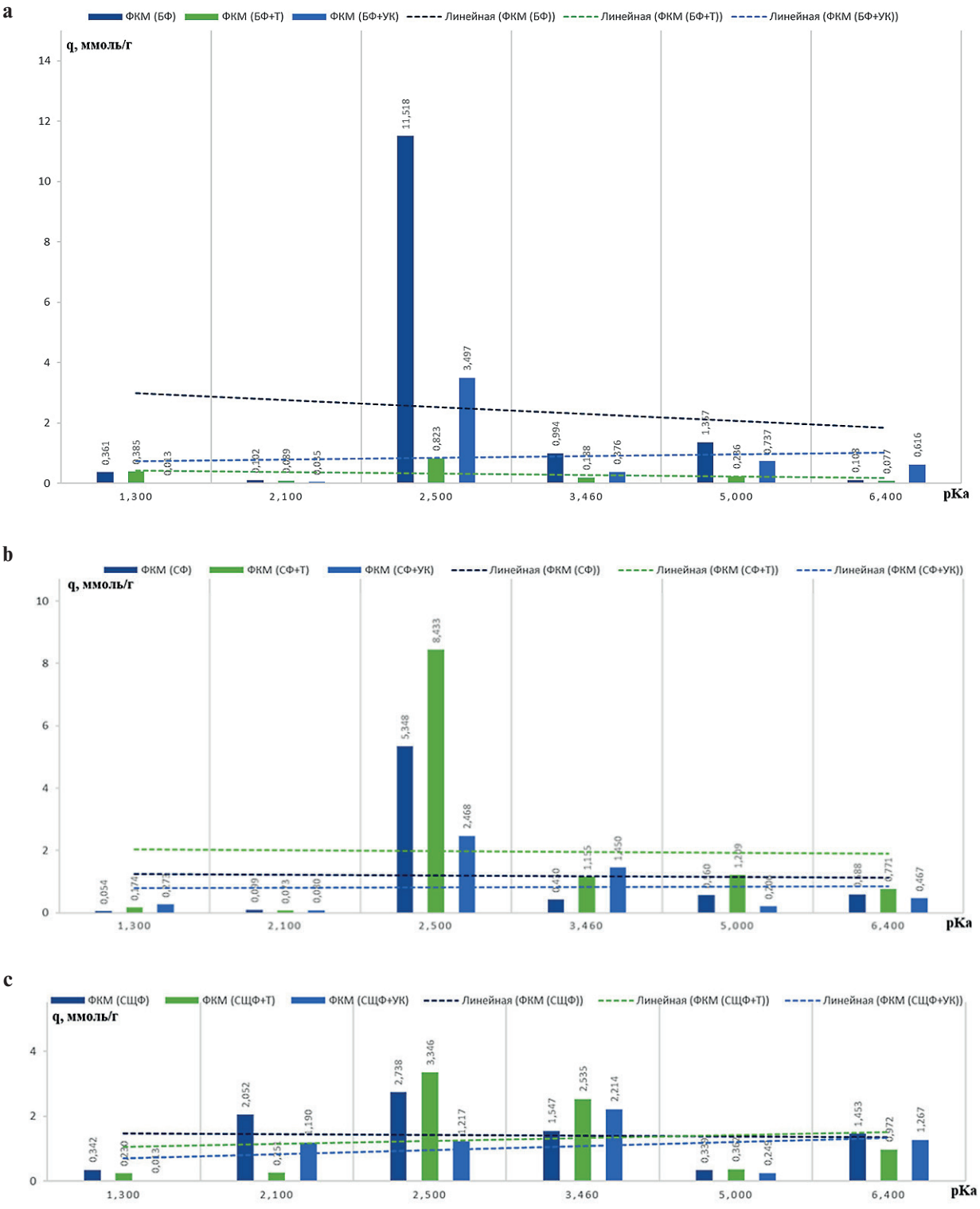


Fig. 4. **Distribution and concentration of adsorption centers on the surface of PCM samples in the area of Brensted acids for various types of fiber:** a – basalt; b – glass; c – glass alkali-resistant

number of active centers is observed in heat-treated glass fiber-based PCM, as well as in all types of acid-treated fiber-based PCM.

It should be noted that PCM based on glass alkali-resistant fiber subjected to heat treatment demonstrated an increase in the number of active centers by 2.5 times.

Table 1
The number of Brensted acid centers on the surface of various fibers and PCM

The object of the study	Number of active centers (q), mmol/g (depending on the treatment and type of fiber)		
	Control (fiber without treatment)	Heat-treated fiber	Fiber soaked in acetic acid
Basalt fiber			
Fiber	6.00	15.11	5.26
PCM	14.44	1.8	5.27
Glass fiber			
Fiber	6.54	13.90	5.09
PCM	7.08	11.82	4.94
Glass alkali-resistant fiber			
Fiber	7.11	3.55	11.27
PCM	8.47	7.70	6.15

Fiber-based PCM microstructure

According to the results of scanning electron microscopy, it was found that after deposition of titanium dioxide on the surface of the fiber, both aggregates of particles and elements of TiO_2, film structures are formed, which is accompanied by a change in the morphology of the surface and the structure of the fibers (Fig. 5).

The results of electron microscopy allowed to obtain a detailed understanding of the nature of deposition of titanium dioxide on the surface of a fiber of various types, depending on the method of its preliminary activation. After deposition of titanium dioxide on the fiber surface, both aggregates of particles and elements of TiO_2 film structures are formed, which is accompanied by a change in the morphology of the surface and the structure of the fibers (see Fig. 5).

Thus, on samples of basalt and glass fiber treated with acetic acid, as well as glass alkali-resistant fiber, titanium dioxide particles form uneven growths or aggregates distributed over the fiber surface. These growths are clusters of particles of different shapes and sizes. This uneven deposition pattern indicates possible features of interaction between the fiber surface and titanium dioxide during synthesis, adhesion between titanium dioxide and fiber.

With regard to the rest of the samples, the following is observed: titanium dioxide particles are evenly distributed over the entire surface of the fiber, creating a semblance of a film. This uniform deposition pattern may be due to a more uniform distribution of active centers on the fiber surface. Unlike the case of basalt fiber, where uneven deposition is explained by the influence of active centers on the formation of growths, here active centers can contribute to the uniform deposition of titanium dioxide particles on the surface of the fiber.

It is possible that the presence of various active sites on the surface of the fiber leads to the preferred deposition of particles in certain areas, which, in turn, influenced the formation of growths. Such uneven deposition can have a significant impact on the properties of the composite material, in particular on the mechanical and physicochemical characteristics of the cement composite with PCM. Uniform coating of the fiber surface with titanium dioxide can lead to an improvement in the photocatalytic activity of the composite with PCM.

Figure 6 shows the results of the analysis of the elemental composition of the PCM surface based on various types of fibers using an energy dispersion spectrometer, where the weight content of titanium at selected points is indicated in numbers. The points were selected in such a way as to cover different areas of the sample surface and ensure the representativeness of the results. PCM samples with the highest values of the number of Brensted acid centers on the surface of each type of fiber were selected for presentation.

According to the analysis, it was found that the titanium content varies in a wide range. The titanium content in the studied PCM samples, ranging from 0.29 to 1.43%, indicates the formation of a thin coating on the surface of the composite material. A narrower range, from 11.88 to 13.12%, indicates the formation of a denser film, which gives the impression of ingrowth into the structure of the PCM surface. The formation of denser growths, which give the effect of a cracked film, is characterized by an interval of values from 31.11 to 40.45%. Finally, with a titanium content of over 50%, unevenly distributed growths on the surface are observed, which indicates the presence of local active zones on the surface of the fiber acting as crystallization centers, and features of the deposition and film formation process on the FCM. These results allowed

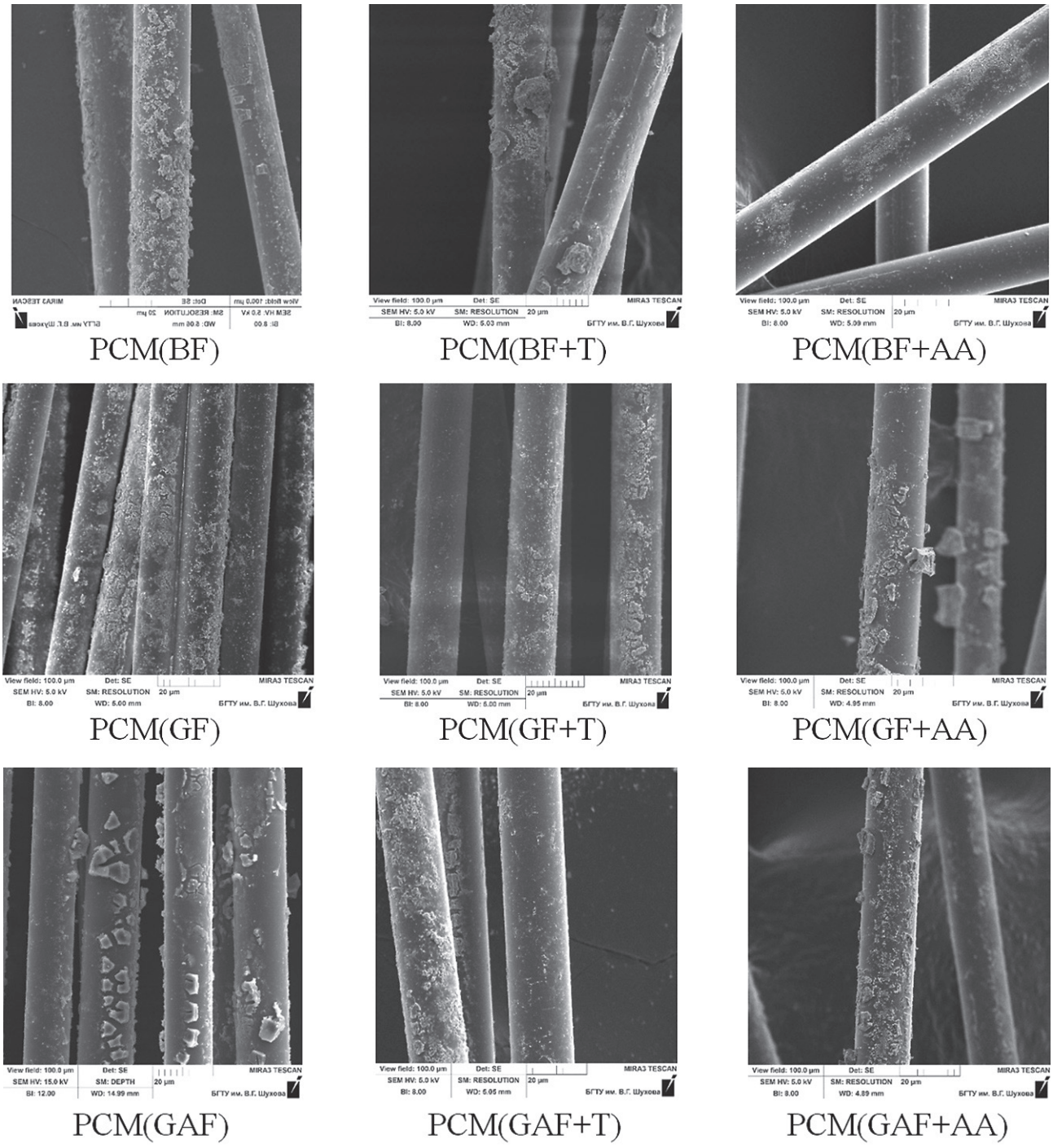


Fig. 5. **The effect of the method of modification of various types of fiber on the change in the microstructure of PCM based on them**

to estimate the distribution of titanium dioxide on the surface of the material and its concentration on various parts of the PCM surface.

The results obtained indicate the possibility of using micro-reinforcing fibers subjected to pre-activation of the surface by heat treatment as components of photocatalytic composite materials for plaster mixtures.

CONCLUSIONS

The conducted study revealed changes in the quantitative content of Brensted acids and surface morphology of both micro-reinforcing fibers subjected to preliminary activation of their surface and PCM based on them. The analysis showed that there is a change in the number of

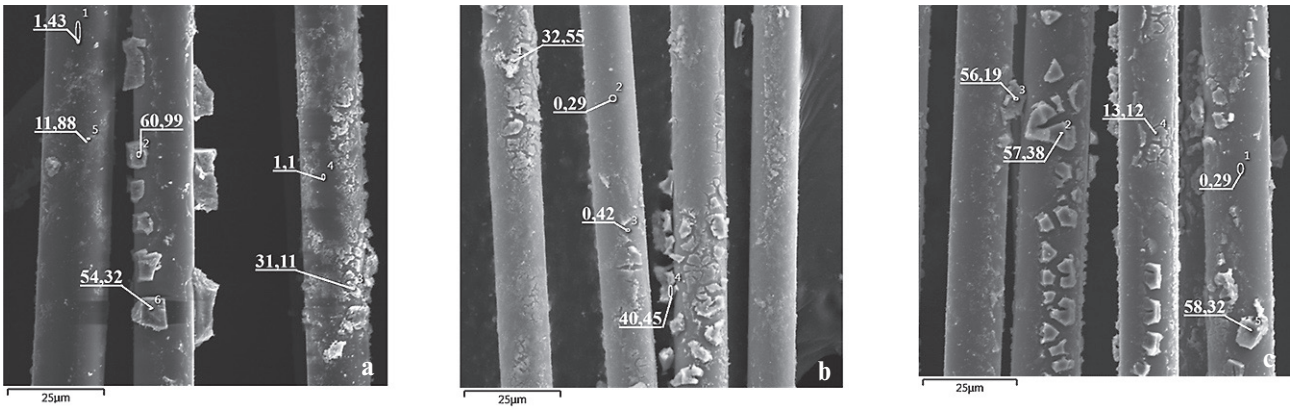


Fig. 6. **Weight content of titanium depending on the surface area and type of PCM:** a – PCM (BF); b – PCM(GF+T); c – PCM(GAF)

Brensted acid centers, which indicates a change in the chemical properties and activity of the fiber surface, the redistribution and formation of new active centers, due to thermal and chemical influences, the interaction of sol-gel synthesis products of titanium dioxide with the active centers of the fiber surface. Thermal treatment of the surface of the initial fibers led to an increase in the number of acid centers in samples of basalt and glass fibers. In turn, the number of active centers on the surface of the PCM (BF+T) decreased by 15 times relative to BF+T, and by 3 times relative to BF. The number of active PCM centers (GF+T) decreased slightly relative to GF+T and increased 1.8 times relative to GF. Regarding the glass alkali-resistant fiber, pre-activation of the surface by heat treatment resulted in a decrease in the number of Brensted acid centers, but, subsequently, PCM (GAF+T) has a larger number of active centers relative to GAF+T. Preliminary activation of the surface of the samples of the initial fibers by etching in acid did not affect the increase in the number of Brensted acid centers, with the exception of GAF+AA (increased by 1.5 times). The number of active fiber-based PCM centers exposed to acetic acid etching remained almost unchanged relative to the values of the control samples. It should be noted that the use of nitric and formic acids for the preliminary activation of the fiber surface leads to an increase in their fragility, followed by unintentional compaction/gluing of fibers during the deposition of titanium dioxide. The following growth trend has been established for the total number of active centers for PCM: PCM(BF+T) → PCM(GF+AA) → PCM(BF+AA) → PCM(GAF+AA) → PCM(GF) → PCM(GAF+T) → PCM(GAF) → PCM(GF+T) → PCM(BF).

During the deposition of titanium dioxide on the fiber surface, both aggregates of particles and elements of TiO_2 film structures are formed, which is accompanied by a change in the morphology of the surface and the structure of the fibers. The uneven deposition pattern indicates the presence of various active sites on the surface of the fiber, leading to preferred particle deposition in certain areas. The morphology of PCM will have a significant impact on the interaction of micro-reinforcing fibers with the components of the plaster mixture, with the environment (UV radiation, vapors, gases, dispersed particles, etc.) and, consequently, the photocatalytic activity of cement composites with their use.

Based on the conducted research, the following preliminary conclusions can be drawn about the preferred processing methods for each of the studied types of fibers. For glass fiber, the preferred treatment method is thermal, which leads to an increase in the number of acidic Brensted centers, which improves the chemical properties of the fiber surface and promotes the redistribution of active centers, providing an optimal balance between structural changes and the activity of the material. Basalt and glass alkali-resistant fibers, do not need pretreatment. However, the final conclusion will be made after evaluating the photocatalytic activity of both PCM and plaster mixtures with their use, analyzing the durability of PCM in terms of preserving anatase on the fiber surface in the technology of introducing composite material into the plaster mixture.

REFERENCES

1. Hamidi F., Aslani F. TiO_2-based photocatalytic cementitious composites: Materials, properties, influential parameters, and assessment techniques. Nanomaterials. 2019; 9(10): 1444. https://doi.org/10.3390/nano9101444

2. Pugin K.G. Construction mix with bactericidal properties. Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. 2019; 4: 40-46. https://doi.org/10.34031/article_5cb1e65debc933.57283217

3. Antonenko M.V., Ogurtsova Yu.N., Strokova V.V., Gubareva E.N. Photocatalytically active self-cleaning cement-based materials. Compositions, properties, and applications. Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. 2020; 3: 16-25. https://doi.org/10.34031/2071-7318-2020-5-3-16-25

4. Labuzova M.V., Gubareva E.N., Ogurtsova Yu.N., Strokova V.V. The use of photocatalytic composite material in a cement system. Stroitel'nye Materialy. 2019; 5: 16-21. https://doi.org/10.31659/0585-430X-2019-770-5-16-21

5. Gubareva E.N., Ogurtsova Yu.N., Strokova V.V., Labuzova M.V. Comparative assessment of the activity of silica raw materials and photocatalytic composite material based on it. Obogashchenie Rud. 2019; 6: 25. https://doi.org/10.17580/or.2019.06.05

6. Strokova V. V., Gubareva E. N., Ogurtsova Yu. N. Evaluation of the properties of silica raw materials as a substrate in a composite photocatalytic material. Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. 2017; 2: 6-12. https://doi.org/10.1277/23819

7. Balykov A.S., Nizina T.A., Kyashkin V.M., Volodin S.V. Evaluation of the effectiveness of mineral additives in cement systems in the development of photocatalytic core–shell compositions. Nanotechnologies in construction. 2022; 14(5): 405-418. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-5-405-418

8. Wang D., Hou P., Stephan D. Huang S., Zhang L., Yang P., Cheng X. SiO_2/TiO_2 composite powders deposited on cement-based materials: Rhodamine B removal and the bonding mechanism. Construction and Building Materials. 2020; 241: 118124. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118124

9. Fatimah I., Prakoso N.I., Sahroni I., Miqdam Musawwa M., Sim Y., Kooli F., Muraza O. Physicochemical characteristics and photocatalytic performance of TiO_2/SiO_2 catalyst synthesized using biogenic silica from bamboo leaves. Heliyon. 2019; 5:11. e02766. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02766

10. Pal A., Jana T.K., Chatterjee K. Silica supported TiO_2 nanostructures for highly efficient photocatalytic application under visible light irradiation. Materials Research Bulletin. 2016; 76: 353-357. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.12.040

11. Nerovnaya S.V., Sivalneva M.N., Strokova V.V., Ogurtsova Yu.N., Gubareva E.N., Klimenkova E.V. Acid-base properties of the surface of micro-reinforcing fibers as a component of a photocatalytic composite material for plaster mixtures. Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. 2023;10: 8-19. https://doi.org/10.34031/2071-7318-2023-8-10-8-19

12. Strokova V., Gubareva E., Ogurtsova Y., Fediuk R., Zhao P., Vatin N., Vasilev Y. Obtaining and properties of a photocatalytic composite material of the "SiO_2–TiO_2" system based on various types of silica Raw Materials. Nanomaterials. 2021; 11: 866. https://doi.org/10.3390/nano11040866

13. Sychev M.M., Minakova T.S., Slizhov Yu. G., Shilova O.A. Acid-basic characteristics of the surface of solids and control of the properties of materials and composites. St. Petersburg: Khimizdat, 2016. 276 p.

14. Miszczak S., Pietrzyk B. Anatase-rutile transformation of TiO2 sol–gel coatings deposited on different substrates / Ceramics International. 2015; 41:7461-7465. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.02.066

15. Imran M., Riaz S., Naseem S. Synthesis and characterization of titania nanoparticles by solgel technique / Muhammad Imran et al.. Materials Today: Proceedings. 2015; 2: 5455 – 5461. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.11.069

16. Spectroscopic Investigation of the Anatase-to-Rutile Transformation of Sol−Gel-Synthesized TiO_2 Photocatalysts / Nicholas T. Nolan, Michael K. Seery, Suresh C. Pillai. The Journal of Physical Chemistry C. 2009; 113(36): 16151-16157. https://doi.org/10.1021/jp904358g

17. Baidarashvili M.M., Sakharova A.S. Investigation of sorption properties of materials using the physico-chemical method of distribution of adsorption centers. Sorption and chromatographic processes. 2020; 20(1):87-94. https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2020.20/2383

18. Lopanov A.N., Fanina E.A., Guzeeva O.N. Acid-base surface centers of quartz sand in the technology of electrically conductive building mixes. Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. 2016; 5: 58-63.

19. Baranova N.V., Pashina L.A., Kostochko A.V. Comparative analysis of some methods for determining acid-base properties of the surface of solids from the point of view of studying adhesive interaction. Herald of Technological University. 2014; 17(19): 33-36.

20. Tsyganova T.A., Antropova T.V., Myakin S.V., Anfimova I.N. Features of the formation of adsorption centers, thermally modified high-silica porous glasses. Физика и химия стекла. 2020; 46(5): 475-481. https://doi.org/10.31857/S0132665120050121

21. Postnova I.V., Sarin S. A., Karpenko T.Yu., Shchipunov Yu.A. Formation of photocatalytically active titanium dioxide on mesoporous silicate with silver nanoparticles synthesized with tannin acting as a template and reducing

agent. Reports of the Russian Academy of Sciences. Chemistry, Materials sciences. 2020; 495(1):16–20. https://doi.org/10.31857/S2686953520060114

22. Shilova O.A., Kovalenko A.S., Nikolaev A.M., Mjakin S.V., Sinel'nikov A.A., Chelibanov V.P., Gorshkova Y.E., Tsvigun N.V., Ruzimuradov O.N., Kopitsa G.P. Surface and photocatalytic properties of sol-gel derived TiO_2@SiO_2 core-shell nanoparticles. Journal of Sol-Gel Science and Technology. 2023; 108(2): 263-273. https://doi.org/10.1007/s10971-022-05943-5

23. Rimoldi L., Meroni D., Falletta E., Ferretti A.M., Gervasini A., Cappelletti G., Ardizzone S. The role played by different TiO_2 features on the photocatalytic degradation of paracetamol. Applied Surface Science. 2017; 424: 198-205. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.03.033

24. Baranova N.V., Pashina L.A., Necheporenko A.P., Kostochko A.V. Acidic and basic surface centers of cellulose nitrates. Russian Journal of Applied Chemistry. 2015; 88(1): 131-136.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Valeria V. Strokova – Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Russian Academy of Sciences, Head of the Department of Materials Science and Technology of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, vvstrokova@gmail.com, http://orcid.org/0000-0001-6895-4511

Sofia V. Nerovnaya – Postgraduate Student, Junior Researcher at the Research Laboratory "Self-cleaning coatings" of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, nerovnaya.sofya@yandex.ru, http://orcid.org/0009-0007-1028-3066

Yulia N. Ogurtsova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Senior Researcher at the Research Laboratory "Self-cleaning coatings" of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, ogurtsova.y@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0002-0199-7274

Ekaterina N. Gubareva – Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher at the Research Laboratory "Self-cleaning coatings" of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, 43448504@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4854-6673

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

Valeria V. Strokova – scientific guidance; development of the concept and development of research methodology; drawing up final conclusions.

Sofia V. Nerovnaya – conducting experimental work; collecting and systematizing experimental data; writing the source text of the article; drawing conclusions.

Yulia N. Ogurtsova – literary review; writing the source text of the article; analysis of research results; consulting on the deposition of titanium dioxide by sol-gel method.

Ekaterina N. Gubareva – writing the source text of the article; graphical and tabular presentation of the research results.

The authors declare no conflict of interests.

The article was submitted 08.07.2024; approved after reviewing 05.08.2024; accepted for publication 12.08.2024.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Научная статья
УДК 691.55
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-329-341

CC BY 4.0

Влияние активации фибры на свойства поверхности фотокаталитического композиционного материала на ее основе

Валерия Валерьевна Строкова *, Софья Владимировна Неровная, Юлия Николаевна Огурцова, Екатерина Николаевна Губарева

Белгородский государственный технологический университет им В.Г. Шухова, Белгород, Россия

* Автор, ответственный за переписку: e-mail: vvstrokova@gmail.com

АННОТАЦИЯ

Введение. Активное развитие строительных технологий влечет за собой необходимость улучшения свойств традиционных материалов, включая придание им специфических функциональных характеристик, таких как фотокаталитическая активность. Одним из перспективных методов решения данной задачи является введение в стандартные строительные смеси специализированных добавок, к которым относятся фотокаталитические композиционные материалы. В рамках данной статьи рассматривается влияние различных методов активации фибры на свойства поверхности фотокаталитического композиционного материала, созданного на ее основе. **Материалы и методы исследования.** Исследовано влияние предварительной активации базальтовой (БФ), стеклянной (СФ) и стеклянной щелочестойкой (СЩФ) фибр на свойства поверхности фотокаталитических композиционных материалов (ФКМ) на их основе. Активация поверхности фибр заключалась в термической (Т) и химической (УК) обработке. Методика исследования включала анализ изменений концентрации активных центров кислот Бренстеда на поверхности фибры до и после активации их поверхности, после непосредственного осаждения диоксида титана на полученные образцы различных видов фибр, с последующей оценкой морфологических изменений. **Результаты и обсуждения.** Установлена следующая тенденция роста общего количества активных центров для ФКМ: ФКМ(БФ+Т) → ФКМ(СФ+УК) → ФКМ(БФ+УК) → ФКМ(СЩФ+УК) → ФКМ(СФ) → ФКМ(СЩФ+Т) → ФКМ(СЩФ) → ФКМ(СФ+Т) → ФКМ(БФ). Согласно результатам сканирующей электронной микроскопии, установлено, что ФКМ (СФ) и ФКМ (СЩФ+Т) характеризуются более равномерным распределением частиц диоксида титана по всей поверхности волокна, создающих подобие пленки, в отличии от образцов ФКМ(БФ) и ФКМ(СФ), а также ФКМ(СЩФ+УК), на которых частицы диоксида титана распределены неравномерно, образуя наросты или агрегаты. Анализ показал, что золь-гель осаждение диоксида титана оказывает существенное влияние на свойства поверхности фибры, что может отразиться на физико-механических характеристиках композитов и их способности к самоочищению и должно быть учтено при разработке новых функциональных материалов, обладающих фотокаталитическими свойствами. **Заключение.** Полученные результаты позволили оценить эффективность активации поверхности фибры для последующего использования в качестве подложки в составе фотокаталитических композиционных материалов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: фибра, активация поверхности, активные центры кислот Бренстеда, диоксид титана, фотокаталитические композиционные материалы, штукатурные смеси

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена в рамках реализации государственного задания Минобрнауки РФ № FZWN-2023-0006 с использованием оборудования Центра высоких технологий БГТУ им. В.Г. Шухова.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Строкова В.В., Неровная С.В., Огурцова Ю.Н., Губарева Е.Н. Влияние активации фибры на свойства поверхности фотокаталитического композиционного материала на ее основе // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 329–341. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-329-341. – EDN: GTXKCV.

ВВЕДЕНИЕ

Штукатурные материалы играют ключевую роль в современном строительстве, обеспечивая не только эстетическое оформление зданий, но и защиту их поверхностей от атмосферных воздействий, влаги и механических повреждений. Однако, в силу высоких требований к функциональным характе-

© Строкова В.В., Неровная С.В., Огурцова Ю.Н., Губарева Е.Н., 2024

ристикам таких материалов, в последние годы все большее внимание уделяется разработке инновационных составов, обладающих дополнительными свойствами, такими как самоочищение, защита от воздействия УФ-излучения, антибактериальные свойства и др. [1, 2].

Одним из перспективных направлений в этой области является создание штукатурных смесей с самоочищающимися свойствами за счет использования в их составе инициаторов фотокаталитического разложения загрязнителей. Фотокаталитические материалы, способные разлагать органические загрязнители и улучшать качество воздуха, становятся все более востребованными в сфере строительства, особенно в городских условиях, где проблемы экологии и загрязнения окружающей среды актуальны как никогда. Однако применение «чистого» фотокаталитического материала в виде наноразмерного анатаза в составе штукатурной смеси имеет ряд технологических проблем, включая сложности с равномерным распределением добавки, ее влиянием на процессы гидратации и ухудшением физико-механических свойств материала. Решение данных проблем заключается в использовании фотокаталитических композиционных материалов (ФКМ), что является более эффективным способом обеспечения самоочищающихся свойств строительных материалов как с точки зрения фотокаталитической активности, так и с позиции достижения улучшенных физико-механических характеристик и долговечности.

В ранее проведенных исследованиях [3–6] была рассмотрена возможность получения фотокаталитических композиционных материалов с использованием различных природных и техногенных кремнеземных материалов в качестве подложки для наноразмерного анатаза, формируемого в процессе золь-гель осаждения соединений титана с последующей термической обработкой. Эти материалы включали в себя осадочные органогенные и хемогенные породы, а также техногенные пуццоланы, такие как пирогенный отход – микрокремнезем. Синтез и осаждение при золь-гель процессе позволяет равномерно распределить диоксид титана на поверхности подложки, создавая функциональный фотокаталитически активный слой с определенными кислотно-основными характеристиками. Применение фотокаталитического композиционного материала (ФКМ) системы «кремнеземный компонент (ядро) – анатаз (оболочка)» в строительных композитах на основе цемента демонстрирует высокую эффективность благодаря синергии пуццолановой реакции и фотокаталитической активности.

При разработке ФКМ критическое значение имеет выбор и характеристика сырьевых компонентов, которые выступают в роли носителей фотокаталитического агента. В предыдущих исследованиях [7–10] были определены важные критерии к исходным материалам, включая высокую степень аморфизации, равномерный гранулометрический состав и значительную химическую активность поверхности. Эти свойства обеспечивают максимальную эффективность фотокаталитического разложения загрязнителей за счет оптимального взаимодействия ультрафиолетового излучения с фотокаталитическим агентом на поверхности строительного композита.

Исходя из требований, предъявляемых к носителю, и задачи увеличения на поверхности изделия количества фотокаталитического агента, высказана гипотеза о возможности использования в качестве подложки для создания ФКМ волокнистых наполнителей. Данный вид функциональных добавок, с одной стороны, обеспечивает микроармирование цементной матрицы, положительно влияя на физико-механические свойства штукатурного раствора, а с другой, фибра, создавая дополнительный микрорельеф, выступая на поверхности цементной матрицы и будучи покрытой фотокатализатором, позволит увеличить площадь взаимодействия для протекания фотокаталитических реакций.

Однако для эффективного взаимодействия диоксида титана с фиброй при осаждении и достижения желаемых фотокаталитических свойств ФКМ целесообразной может являться предварительная обработка (активация) поверхности фибры. В то же время важным является сохранение активности поверхности фибры, не покрытой диоксидом титана, для обеспечения ее закрепления в цементной матрице штукатурного материала.

Для оценки эффективности осаждения диоксида титана на поверхности фибры могут быть проведены исследования кислотно-основных свойств поверхности фибр с последующим сравнением с исходными показателями. Совокупность кислотно-основных свойств вещества является одной из характеристик, которая отражает реакционную способность поверхности в донорно-акцепторном взаимодействии. При этом понимание процесса осаждения поможет оптимизировать процесс синтеза и улучшить свойства конечного материала.

Исследования, описанные в работе [11], были направлены на определение поверхностных кислотно-основных свойств различных волокон как в исходном состоянии, так и после обработки (модифицированных). Под обработкой понимается моделирование условий осаждения фотокаталитического агента на подложку в соответствии с заранее установленными параметрами золь-гель синтеза TiO_2, т.е. температурное воздействие 550°C и выдержка в кислой среде. В результате исследования было выявлено, как изменяется общее количество

адсорбционных центров в зависимости от типа фибры и применяемого воздействия. Установлено, что термическая обработка базальтовых и стеклянных волокон повышает концентрацию активных центров до 50–60%. Однако для стеклянных щелочестойких волокон такая обработка негативно сказывается на их активности. Напротив, химическая обработка улучшает активность поверхности щелочестойких фибр, в то время как для других типов фибр не наблюдается увеличения числа активных центров.

Настоящая работа является продолжением ранее выполненных исследований [11] и направлена на оценку влияния различного рода модификации (активации) поверхности фибры, происходящей при получении ФКМ, на характер изменения кислотно-основных свойств как самих волокон различного вида, так и ФКМ на их основе для введения последних в состав штукатурных смесей.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Для разработки фотокаталитического композиционного материала системы «фибра – анатаз» была применена технология, изложенная в предыдущих исследованиях [4–6, 12], посвященных созданию фотокаталитического материала системы «кремнеземный компонент – анатаз». Основой методики является золь-гель синтез наночастиц диоксида титана в анатазной модификации на носителе. Формирование структур пленок и/или частиц диоксида титана зависит от физико-химических свойств реакционной смеси, включающей титановый прекурсор (например, тетрабутоксититан), растворитель (водно-спиртовой раствор) и, при необходимости, стабилизатор золя (например, кислота). Технологический процесс также предусматривает высокотемпературное воздействие (до 550 °С) [12].

Характеристика сырьевых материалов

Для золь-гель синтеза диоксида титана использовали следующие сырьевые материалы: водно-спиртовой раствор, содержащий по объему 95% этилового спирта, соответствующего ГОСТ Р 51999-2002 (ЗАО «РФК», Россия); тетрабутоксититан по ТУ 6-09-2738-89 (ЗАО «ПРОМХИМПЕРМЬ», Россия) с молекулярной массой 340,34 г/моль, массовой долей титана 14,3%.

В качестве подложки для фотокаталитического материала использовались следующие волокнистые наполнители: базальтовая фибра (БФ) производства ООО «Каменный век» (Московская область, г. Дубна), стеклянная фибра (СФ) производства ООО «НЗК» (г. Нижний Новгород) и щелочестойкая стеклянная фибра (СЩФ) «ARM STRUCTURE» производства ООО НПО «Структура» (г. Краснодар). Для корректного сравнительного анализа различных типов волокон отбор осуществлялся на основе схожих геометрических параметров, физико-механических характеристик и температур плавления, которые должны превышать температурные режимы обжига, применяемые в технологии создания фотокаталитического композиционного материала. Следует отметить, что волокна органического происхождения были исключены из рассмотрения ввиду их низкой температуры плавления.

Для активации поверхности основы под ФКМ каждая из перечисленных видов фибр подвергалась кислотной и температурной обработке. Для кислотной обработки использовали азотную кислоту «ХЧ» ГОСТ 4461-77, уксусную «ХЧ» ГОСТ 61-75 и муравьиную 85% ГОСТ 5848-73 производства АО «База № 1 Химреактивов». Выбор данных видов кислот основан на работах [13, 14, 15], в которых кислоты применяли для изменения кислотно-основных характеристик поверхности кремнеземного и алюмосиликатного сырья, в том числе с целью обеспечения формирования химической связи между подложкой и диоксидом титана в процессе синтеза ФКМ.

Подготовка образцов

Кислотную обработку (травление кислотами) использовали для удаления части поверхностного слоя материала, а именно создания шероховатой текстуры, улучшения адгезии к другим материалам, активации поверхности для последующего осаждения диоксида титана. Для этого исходные образцы фибр погружали в заранее разведенные до рабочей концентрации 65% кислоты на 120 минут при комнатной температуре. После чего образцы фибры вынимали из растворов и отправляли в сушильный шкаф при контролируемой температуре в 70°С до полного высыхания.

Высокотемпературную обработку исходных образцов фибры проводили в муфельной печи при температуре 550°С в течение 120 минут.

Для количественной оценки концентрации и распределения кислотно-основных центров на поверхности материалов был использован метод определения распределения центров адсорбции (РЦА) с применением индикаторов [16–20]. Из всего диапазона индикаторов в исследованиях использованы индикаторы с pKA: 0,8 (кристаллический фиолетовый), 1,3 (бриллиантовый зеленый), 2,1 (фуксин), 2,5 (метанитроанилин), 3,46 (метиловый оранжевый), 5,0 (метиловый красный), 6,4 (бромкрезол пурпурный), позволяющие оценить кислотную активность поверхности по Бренстеду как наиболее предпочтительную для повышения эффективности осаждения

диоксида титана, процессов фотокатализа и закрепления фибры в цементной системе [21–24].

Полученные образцы фибры и ФКМ были подвергнуты комплексному анализу для оценки влияния способа активации фибры и золь-гель осажденного диоксида титана на кислотные свойства поверхности фибры и характер осаждения: измерение концентрации и распределения кислотных центров Бренстеда на поверхности с использованием индикаторного метода (спектрофотометр LEKI SS1207 (LOIP)), анализ морфологии поверхности с помощью сканирующей электронной микроскопии, дополненной анализом элементного состава с использованием энергодисперсионного спектрометра (растровый электронный микроскоп TESCAN MIRA 3 LMU (TESCAN)).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Ранее авторским коллективом были рассмотрены различные виды фибры, выполнено теоретическое ранжирование с позиции влияния поверхностных активных центров на физико-химическое взаимодействие с титаносодержащим катализатором [11]. Исследование концентраций активных центров кислот Бренстеда на поверхности рассматриваемых волокон выявило, что в их исходном состоянии стеклянная щелочестойкая фибра обладает лишь небольшим превосходством. Однако химический состав волокон, характеризующийся содержанием оксидов кремния и алюминия в пределах от 70 до 73%, имеет минимальные отличия. Это соотносится с незначительным увеличением количества активных центров кислот Бренстеда в ряду «базальтовая фибра → стеклянная фибры → стеклянная щелочестойкая фибра». Подобные изменения коррелируют с вариациями в морфологии поверхности фибр: базальтовая фибра обладает наиболее гладкой поверхностью, в то время как стеклянная фибра и стеклянная щелочестойкая характеризуются локальными наростами.

На предварительном этапе исследования было проведено сравнение характера влияния трех видов кислот на модификацию фибр в процессе травления, в результате чего выбрана уксусная кислота. Данный выбор обосновывается тем, что после обработки другими видами кислот (азотной, муравьиной) с последующим осаждением диоксида титана на их поверхности дальнейшее применение полученных материалов является невозможным в связи с утратой физико-механических свойств, а именно увеличением хрупкости, с последующим непреднамеренным уплотнением/склеиванием волокон фибры в процессе осаждения диоксида титана (рис. 1, зоны, обведенные красным маркером), что является неприемлемым при дальнейшем использовании в составе штукатурной смеси, поскольку приводит к неравномерному распределению ФКМ.

В результате проводился сравнительный анализ следующих видов материалов:

- фибра в исходном состоянии: базальтовая фибра (БФ), стеклянная фибра (СФ), стеклянная щелочестойкая фибра (СЩФ);
- фибра, подвергнутая термообработке при 550°С в течение 120 минут: базальтовая фибра (БФ+Т), стеклянная фибра (СФ+Т), стеклянная щелочестойкая фибра (СЩФ+Т);
- фибра, подвергнутая кислотной обработке при концентрации уксусной кислоты 65% в течение 120 минут: базальтовая фибра (БФ+УК), стеклянная фибра (СФ+УК), стеклянная щелочестойкая фибра (СЩФ+УК);
- фотокаталитический композиционный материал на основе различных видов фибры, соответственно: ФКМ(БФ), ФКМ(СФ), ФКМ(СЩФ), ФКМ(БФ+Т), ФКМ(СФ+Т), ФКМ(СЩФ+Т), ФКМ(БФ+УК), ФКМ(СФ+УК), ФКМ(СЩФ+УК).

Свойства поверхности фибры

Анализ результатов, полученных в данной работе, показал, что после осаждения диоксида титана на микроармирующие фибры происходит изменение активности их поверхности. Наблюдаются существенные изменения количества активных центров кислот Бренстеда на поверхности фибр, что свидетельствует о модификации их поверхности.

Для наглядной демонстрации распределения центров адсорбции в области кислот Бренстеда (pKa = 0–7) на поверхности образцов результаты представлены отдельно для каждого типа волокон (рис. 2). Следует подчеркнуть, что данные для константы диссоциации pKa = 0,8 не отображены из-за их незначительных числовых величин.

На рис. 2–3 представлены результаты определения распределения и концентрации кислотных центров Бренстеда и микроструктурных особенностей поверхности для исходных фибр, а также подвергнутых термической и кислотной обработке.

Распределение центров адсорбции на поверхности базальтовой фибры (см. рис. 2, *а*) показывает незначительное снижение суммарного количества кислотных центров образцов, подвергнутых кислотной обработке, и увеличение количества центров у образцов, подвергнутых термической обработке, относительно исходной фибры почти в 2,5 раза. Данные показатели коррелируют с утверждением о том, что при увеличении шероховатости поверхности ее активность увеличивается (см. рис. 3, *а*).

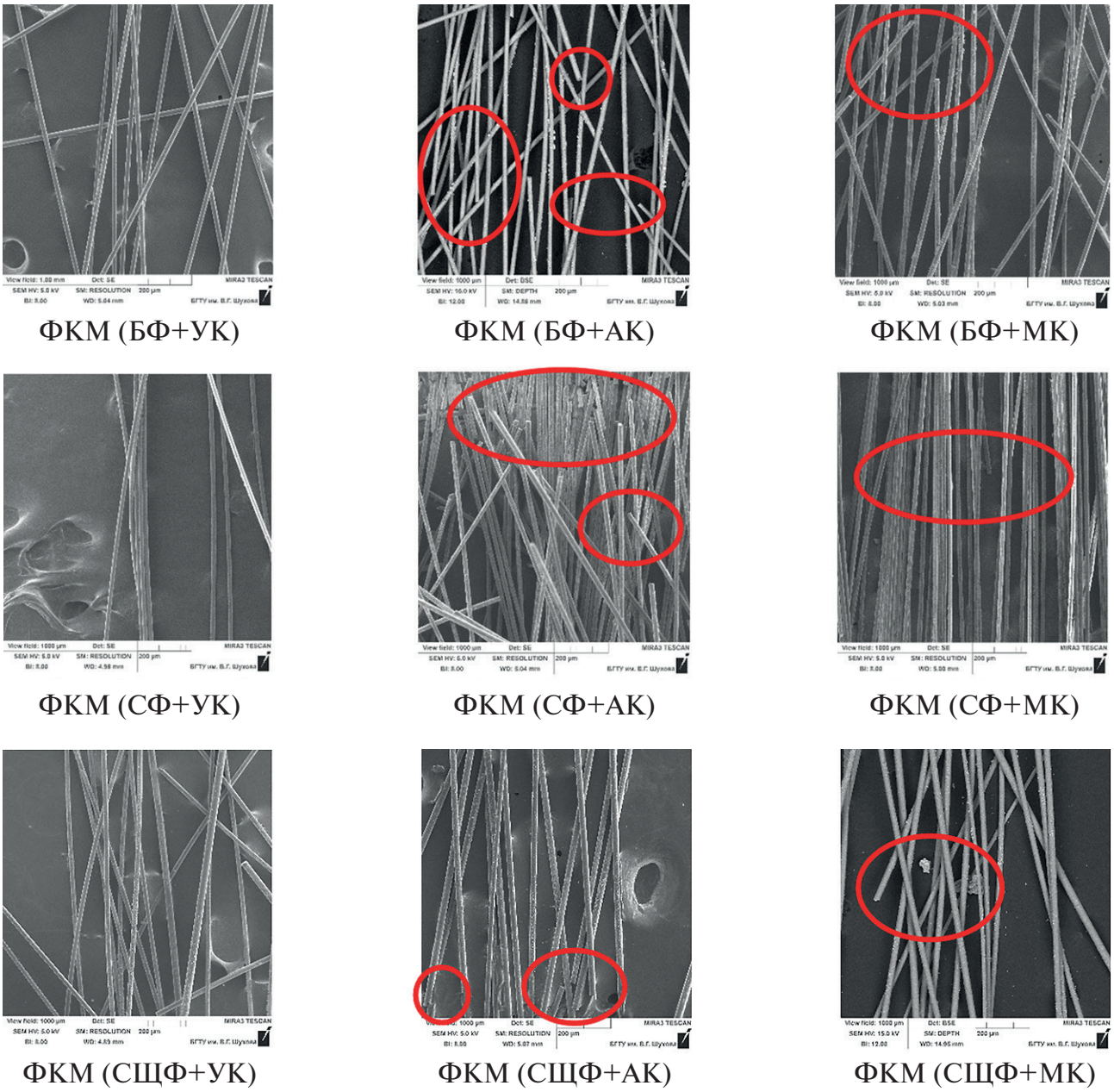


Рис. 1. **Влияние кислотной обработки на морфологию поверхности и структуру ФКМ в зависимости от вида кислоты и фибры:** УК – уксусная кислота; АК – азотная кислота; МК – муравьиная кислота

Аналогично, как и для базальтовой, для стеклянной фибры прослеживается тенденция к увеличению в 2,1 раза количества активных центров после термообработки (см. рис. 2, *б*). Наблюдается увеличение количества центров адсорбции образца, подвергнутого кислотной обработке в pKa: 2,1; 5,0; 6,4. При этом общее количество кислотных центров образца СФ+УК снизилось в 1,3 раза.

В процессе травления кислотой удалось добиться увеличения шероховатости поверхности стеклянной фибры (см. рис. 3, *б*), но существенного влияния на изменение количества центров адсорбции на поверхности не наблюдается. Тем не менее, следует отметить, что, как и в случае с базальтовой фиброй, произошел рост количества центров адсорбции после активации поверхности термообработкой.

В случае со стеклянной щелочестойкой фиброй наблюдается обратный эффект: увеличивается в 1,6 раз количество активных центров у образцов, подвергнутых активации поверхности с помощью травления кислотой, и уменьшается в 2 раза после термической обработки (см. рис. 2, *в*). При этом значительных видимых изменений не наблюдается (см. рис. 3, *в*).

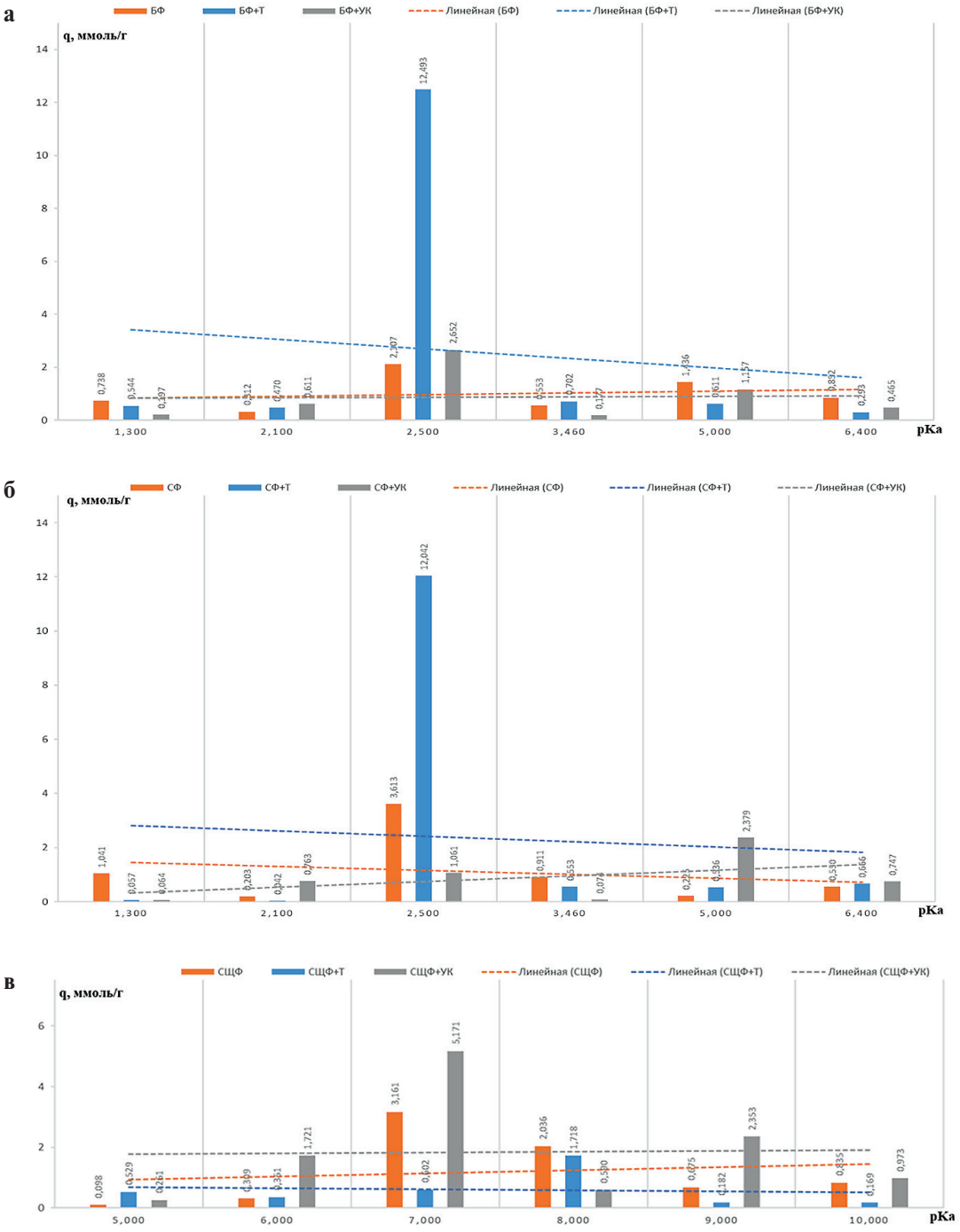


Рис. 2. **Распределение и концентрация центров адсорбции в области кислот Бренстеда на поверхности образцов различной фибры (исходной, подвергнутой термической и кислотной обработке):** а – базальтовая; б – стеклянная; в – стеклянная щелочестойкая

Свойства поверхности ФКМ

Анализ результатов распределения активных центров адсорбции на поверхности фотокаталитического композиционного материала на основе базальтовой фибры (ФКМ(БФ)) (рис. 4, *а*) выявил значительное преобладание индикаторов с константой диссоциацией pKa = 2,5. Также наблюдается незначительное увеличение активных центров на поверхности ФКМ на основе базальтовой фибры, обработанной уксусной кислотой ФКМ (БФ+УК). Однако для других индикаторов характерно снижение количества ак-

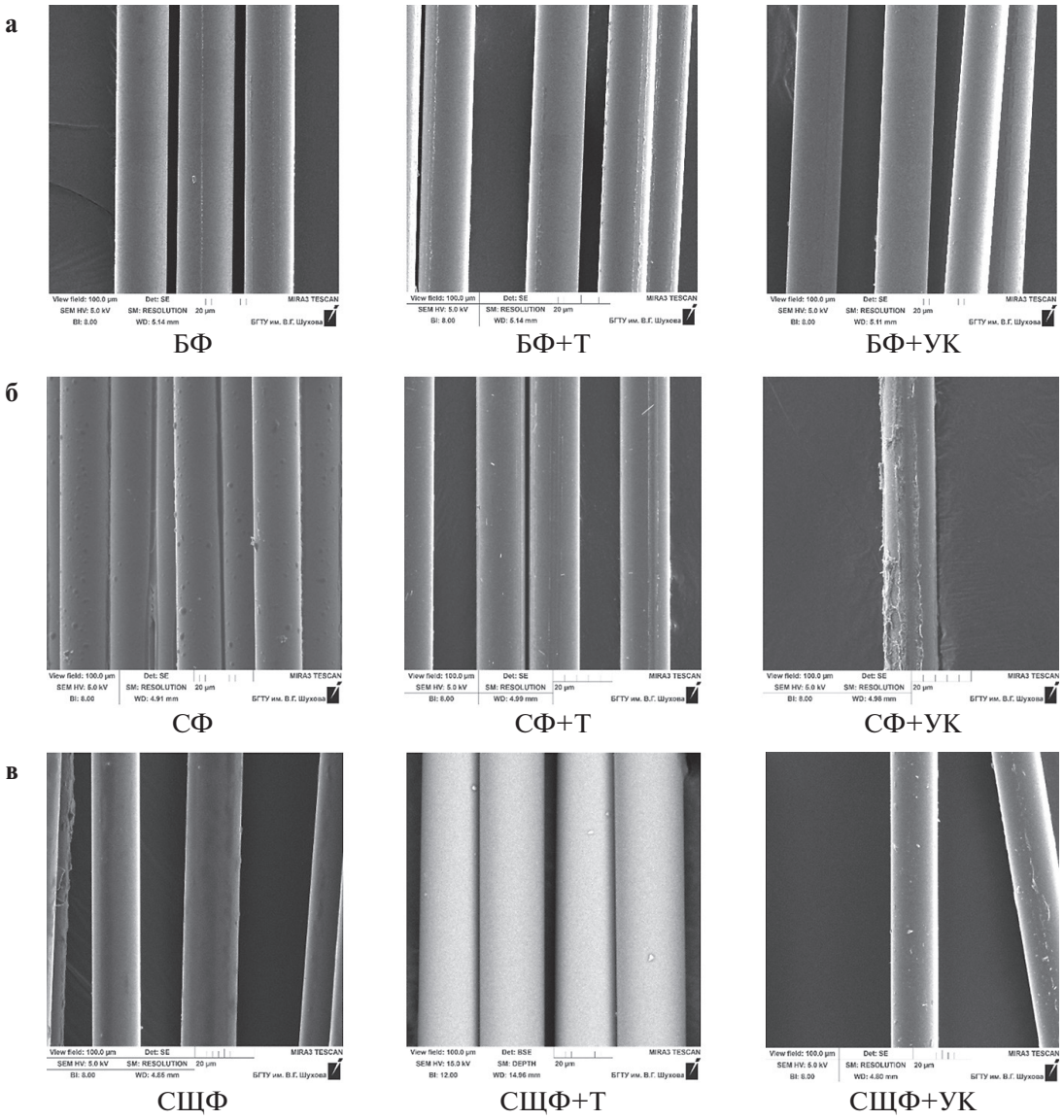


Рис. 3. **Влияние способа активации на изменение микроструктуры поверхности различных видов фибры:** а – базальтовая; б – стеклянная; в – стеклянная щелочестойкая

тивных центров для всех ФКМ. Относительно общего количества кислотных центров полученные ФКМ на основе базальтовой фибры можно расположить от наименьшего к наибольшему следующим образом: ФКМ (БФ+Т) → ФКМ (БФ+УК) → ФКМ (БФ).

Рассмотрим распределение активных центров адсорбции на поверхности ФКМ на основе стеклянной фибры (ФКМ(СФ)) (рис. 4, *б*). Как и в случае с базальтовой фиброй, наблюдается преобладание пиковых значений при pKa = 2,5, что свидетельствует об активности кислотных центров Бренстеда. Для индикаторов с pKa = 5 и pKa = 6,4 наблюдается увеличение количества активных центров для некоторых образцов, в то время как на участках с pKa = 1,3 и pKa = 2,1 отмечается снижение количества центров относительно исходной фибры (см. рис. 2, *б*). В данной группе образцы ФКМ на основе стеклянной фибры будут располагаться по мере увеличения общего количества активных центров следующим образом: ФКМ (СФ +УК) → ФКМ (СФ) → ФКМ (СФ+Т).

Касательно распределения центров адсорбции на поверхности образцов ФКМ на основе стеклянной щелочестойкой фибры (рис. 4, *в*), можно отметить более плавное распределение активных центров как на поверхности исходной фибры (см. рис. 2, *в*), так и на поверхности ФКМ(СЩФ). Зафиксирован рост концентрации активных центров в области индикаторов pKa = 1,3; 2,1; 6,4 у образцов ФКМ(СЩФ), при этом на остальных участках области кислотных центров Бренстеда наблюдается

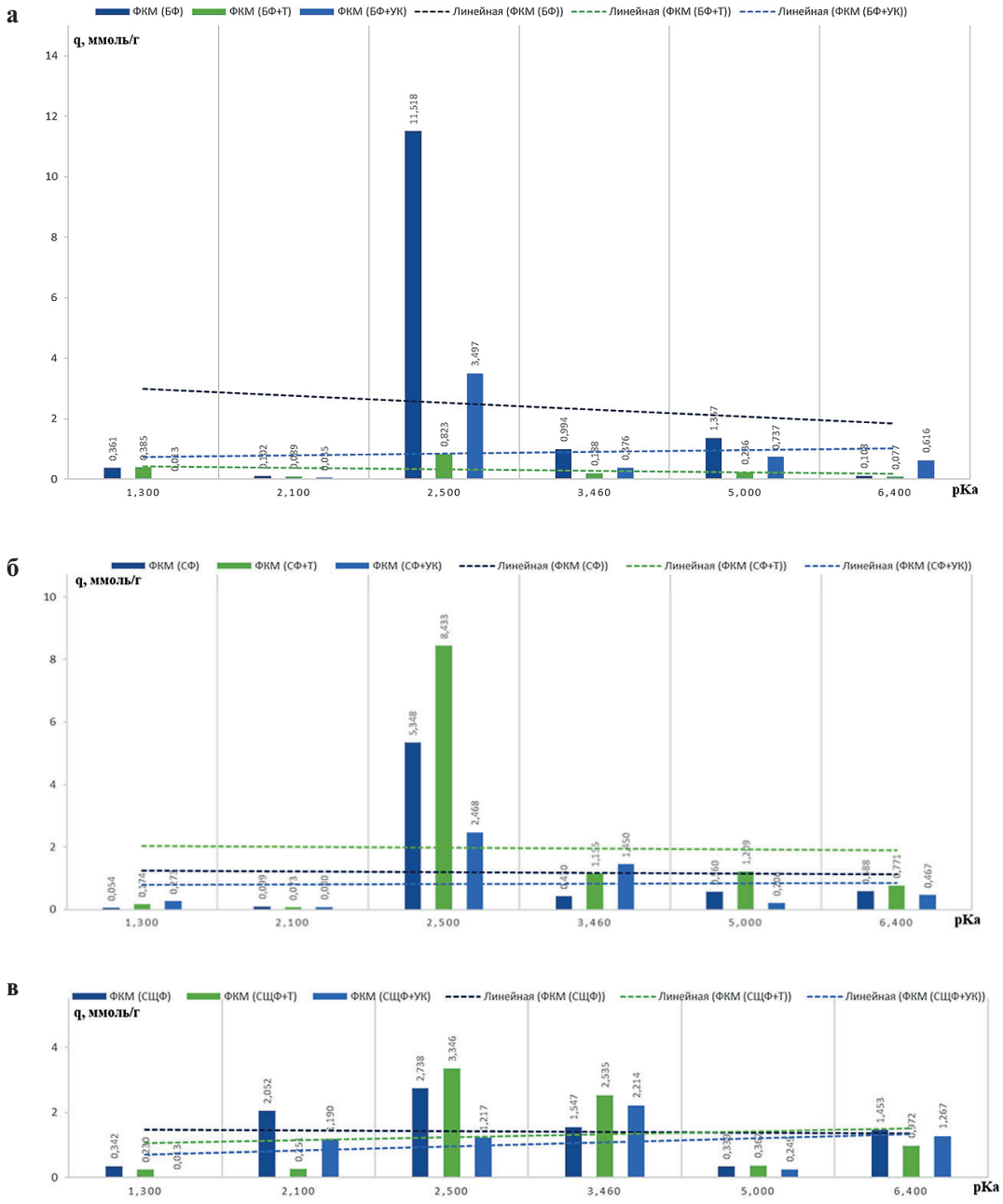


Рис. 4. **Распределения и концентрация центров адсорбции на поверхности образцов ФКМ в области кислот Бренстеда для различного вида фибры:** а – базальтовая; б – стеклянная; в – стеклянная щелочестойкая

снижение относительно исходной фибры. Тенденция роста общего числа активных центров для ФКМ на основе стеклянной щелочестойкой фибры следующая: ФКМ (СЩФ +УК) → ФКМ (СЩФ+Т) → ФКМ (СЩФ).

Для обобщения полученных данных представлена общая информация о количестве активных кислотных центров Бренстеда на поверхности различных типов волокон при их использовании в качестве носителей при золь-гель синтезе диоксида титана, а также на основе фотокаталитического композиционного материала (табл. 1). Анализ концентраций активных центров кислот Бренстеда на поверхности изученных волокон в исходном состоянии показал, что в начальных условиях они не существенно различаются, за исключением небольшого преимущества у стеклянной щелочестойкой фибры. Однако после осаждения диоксида титана на их поверхности наблюдается увеличение активных центров в следующей последовательности ФКМ: на основе

стеклянной фибры → стеклянной щелочестойкой → базальтовой фибры.

Базальтовая фибра, подвергнутая термической обработке с последующим осаждением диоксида титана на поверхности, показала наименьшие результаты, так как количество активных центров на ФКМ снизилось в 8,4 раза. Небольшое снижение количества активных центров наблюдается у ФКМ на основе стеклянной фибры, подвергнутой термической обработке, а также у всех типов ФКМ на основе фибр, обработанных кислотой.

Следует отметить, что ФКМ на основе стеклянной щелочестойкой фибры, подвергнутой термической обработке, продемонстрировал увеличение количества активных центров в 2,5 раза.

Микроструктура ФКМ на основе фибры

По результатам сканирующей электронной микроскопии установлено, что после осаждения диоксида титана на поверхность фибры происходит образование как агрегатов частиц, так и элементов пленочных структур TiO_2, что сопровождается изменением морфологии поверхности и структуры волокон (рис. 5).

Результаты электронной микроскопии позволили получить детальное представление о характере осаждения диоксида титана на поверхность фибры различного вида в зависимости от способа ее предварительной активации. После осаждения диоксида титана на поверхность фибры происходит образование как агрегатов частиц, так и элементов пленочных структур TiO_2, что сопровождается изменением морфологии поверхности и структуры волокон (см. рис. 5).

Так, на образцах базальтовой и стеклянной фибры, обработанной уксусной кислотой, а также стеклянной щелочестойкой фибры частицы диоксида титана образуют неравномерные наросты или агрегаты, распределенные по поверхности волокна. Эти наросты представляют собой скопления частиц разной формы и размера. Этот неравномерный характер осаждения указывает на возможные особенности взаимодействия между поверхностью волокон и диоксидом титана в процессе синтеза, адгезию между диоксидом титана и фиброй.

Касаемо остальных образцов наблюдается следующее: частицы диоксида титана равномерно распределены по всей поверхности волокна, создавая подобие пленки. Этот равномерный характер осаждения может быть обусловлен более однородным распределением активных центров на поверхности волокон. В отличие от случая с базальтовой фиброй, где неравномерное осаждение объясняется влиянием активных центров на формирование наростов, здесь активные центры могут способствовать равномерному осаждению частиц диоксида титана на поверхности фибры.

Возможно, наличие различных активных участков на поверхности фибры приводит к предпочтительному осаждению частиц в определенных областях, что, в свою очередь, повлияло на формирование наростов. Такое неравномерное осаждение может оказывать значительное влияние на свойства композитного материала, в частности, на механические и физико-химические характеристики цементного композита с ФКМ. Равномерное покрытие поверхности фибры диоксидом титана может привести к улучшению фотокаталитической активности композита с ФКМ.

Таблица 1

Количество кислотных центров Бренстеда на поверхности различных фибр и ФКМ

Объект исследования	Количество активных центров (q), ммоль/г (в зависимости от обработки и вида фибры)		
	Контроль (фибра без обработки)	Термообработанная фибра	Фибра, выдержанная в уксусной кислоте
Базальтовая фибра			
Фибра	6,00	15,11	5,26
ФКМ	14,44	1,8	5,27
Стеклянная фибра			
Фибра	6,54	13,90	5,09
ФКМ	7,08	11,82	4,94
Стеклянная щелочестойкая фибра			
Фибра	7,11	3,55	11,27
ФКМ	8,47	7,70	6,15

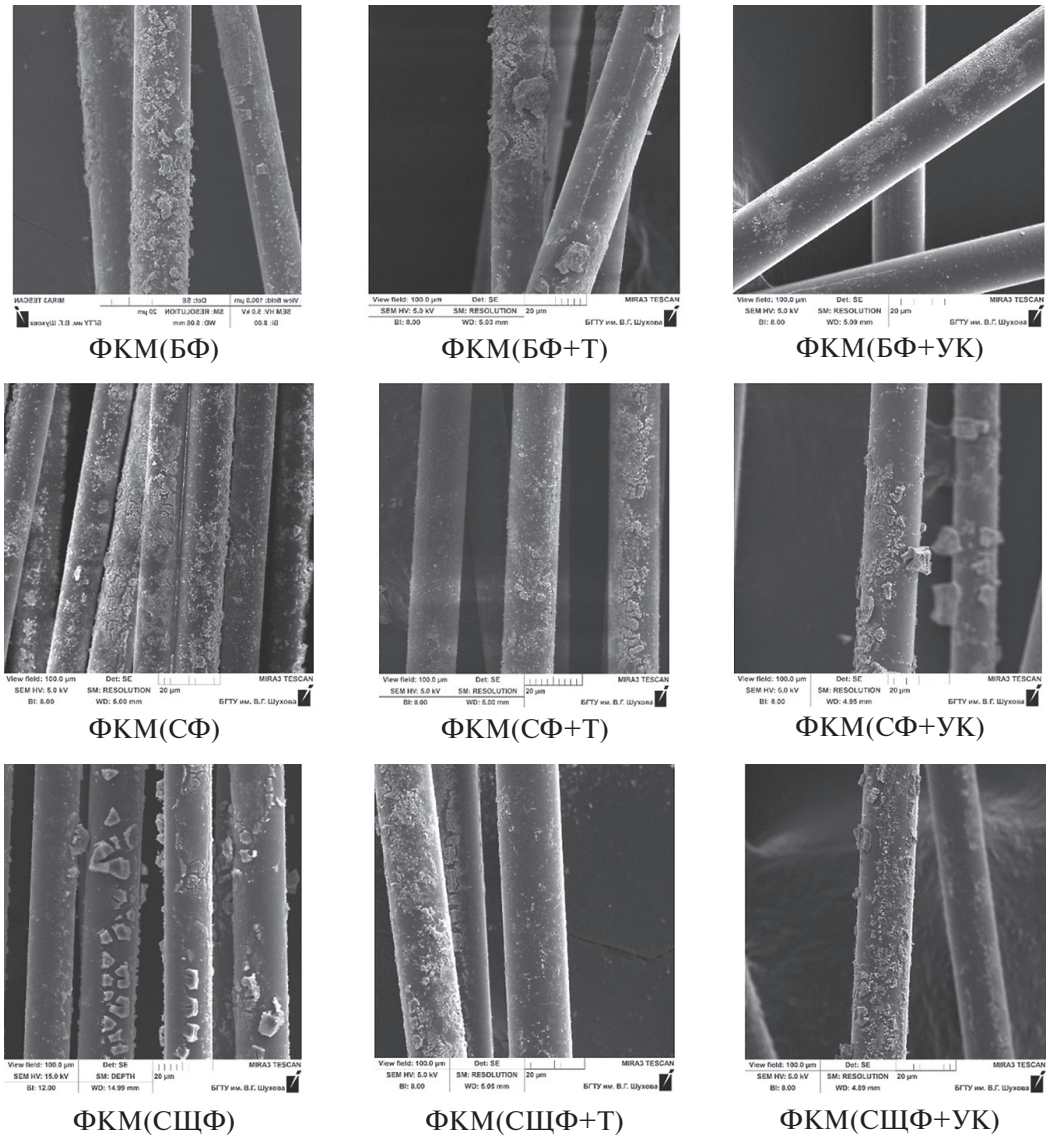


Рис. 5. **Влияние способа модификации различных видов фибры на изменение микроструктуры ФКМ на их основе**

На рис. 6 представлены результаты анализа элементного состава поверхности ФКМ на основе различных видов фибр с использованием энергодисперсионного спектрометра, где цифрами указано весовое содержание титана в выбранных точках. Точки были выбраны таким образом, чтобы охватить различные участки поверхности образцов и обеспечить репрезентативность результатов. Для представления выбраны образцы ФКМ с наибольшими показателями количества кислотных центров Бренстеда на поверхности каждого вида фибр.

В соответствии с проведенным анализом, установлено, что содержание титана варьируется в широком диапазоне. Содержание титана в исследуемых образцах ФКМ, составляющее от 0,29 до 1,43%, указывает на формирование тонкого покрытия на поверхности композиционного материала. Более узкий диапазон, от 11,88 до 13,12%, свидетельствует об образовании более плотной пленки, которая создает впечатление врастания в структуру поверхности ФКМ. Образование более плотных наростов, которые придают эффект потрескавшейся пленки, характеризуется интервалом значений от 31,11 до 40,45%. Наконец, при содержании титана свыше 50% наблюдаются неравномерно распределенные наросты на поверхности, что указывает на наличие локальных активных зон на поверхности фибры, выступающих в роли центров кристаллизации, и особенности процесса осаждения и формирования пленки на ФКМ. Данные результаты позволили оценить распределение диоксида титана на поверхности материала и его концентрацию на различных участках поверхности ФКМ.

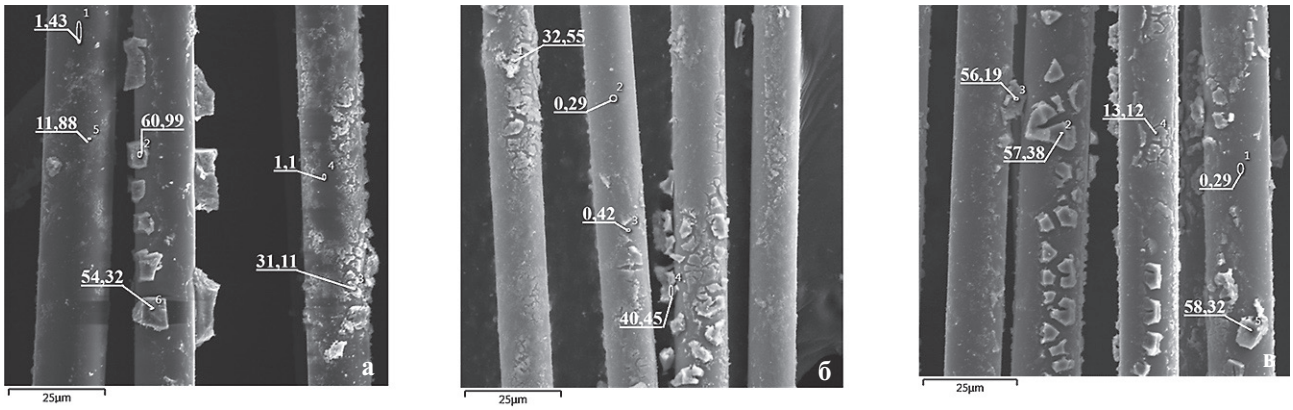


Рис. 6. **Весовое содержание титана в зависимости от зоны поверхности и вида ФКМ:** а – ФКМ (БФ); б – ФКМ(СФ+Т); в – ФКМ(СЩФ)

Полученные результаты свидетельствуют о возможности использования микроармирующих фибр, подвергнутых предварительной активации поверхности путем термообработки, в качестве компонентов фотокаталитических композиционных материалов для штукатурных смесей.

ВЫВОДЫ

Проведенное исследование позволило выявить изменения в количественном содержании кислот Бренстеда и морфологии поверхности как микроармирующих фибр, подвергнутых предварительной активации их поверхности, так и ФКМ на их основе. Анализ показал, что наблюдается изменение количества кислотных центров Бренстеда, что свидетельствует об изменении химических свойств и активности поверхности волокон, перераспределении и формировании новых активных центров, что обусловлено термическим и химическим воздействиями, взаимодействием продуктов золь-гель синтеза диоксида титана с активными центрами поверхности фибр. Термическая обработка поверхности исходных фибр привела к увеличению количества кислотных центров у образцов базальтовой и стеклянной фибр. В свою очередь, количество активных центров на поверхности ФКМ (БФ+Т) уменьшилось в 15 раз относительно БФ+Т и в 3 раза – относительно БФ. Количество активных центров ФКМ (СФ+Т) незначительно уменьшилось относительно СФ+Т и увеличилось в 1,8 раз относительно СФ. Касательно стеклянной щелочестойкой фибры, предварительная активация поверхности термообработкой повлекла уменьшение количества кислотных центров Бренстеда, но впоследствии ФКМ (СЩФ+Т) обладает бóльшим количеством активных центров относительно СЩФ+Т. Предварительная активация поверхности образцов исходных фибр травлением в кислоте не повлияла на увеличение количества кислотных центров Бренстеда, за исключением СЩФ+УК (увеличилось в 1,5 раза). Количество активных центров ФКМ на основе фибр, подвергнутых травлению уксусной кислотой, почти не изменилось относительно значений контрольных образцов. Следует отметить, что использование азотной и муравьиной кислот для предварительной активации поверхности фибр приводит к увеличению их хрупкости, с последующим непреднамеренным уплотнением/склеиванием волокон фибры в процессе осаждения диоксида титана. Установлена следующая тенденция роста общего числа активных центров для ФКМ: ФКМ(БФ+Т) → ФКМ(СФ+УК) → ФКМ(БФ+УК) → ФКМ(СЩФ+УК) → ФКМ(СФ) → ФКМ (СЩФ+Т) → ФКМ (СЩФ) → ФКМ (СФ +Т) → ФКМ(БФ).

В процессе осаждения диоксида титана на поверхность фибры происходит образование как агрегатов частиц, так и элементов пленочных структур TiO_2, что сопровождается изменением морфологии поверхности и структуры волокон. Неравномерный характер осаждения указывает на наличие различных активных участков на поверхности фибры, приводящих к предпочтительному осаждению частиц в определенных областях. Морфология ФКМ будет оказывать значительное влияние на взаимодействие микроармирующих волокон с компонентами штукатурной смеси, с окружающей средой (УФ-излучение, пары, газы, дисперсные частицы и др.) и, следовательно, фотокаталитическую активность цементных композитов с их использованием.

На основе проведенного исследования можно сделать следующие предварительные выводы о предпочтительных способах обработки для каждого из изученных видов фибр. Для стеклянной фибры предпочтительным методом обработки является термическая, которая приводит к увеличению количества кислотных центров Бренстеда, что улучшает химические свойства поверхности фибры и способствует перераспределению активных центров, обеспечивая

оптимальный баланс между структурными изменениями и активностью материала. Базальтовая и стеклянная щелочестойкая фибры не нуждаются в предварительной обработке. Однако окончательный вывод будет сделан после оценки фотокаталитической активности как ФКМ, так и штукатурных смесей с их использованием, анализа долговечности ФКМ в плане сохранения анатаза на поверхности фибры в технологии введения композиционного материала в штукатурную смесь.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Hamidi F., Aslani F. TiO_2-based photocatalytic cementitious composites: Materials, properties, influential parameters, and assessment techniques. Nanomaterials. 2019; 9(10): 1444. https://doi.org/10.3390/nano9101444

2. Пугин К.Г. Строительная смесь с бактерицидными свойствами // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. 2019. № 4. С. 40-46. – https://doi.org/10.34031/article_5cb1e65debc933.57283217

3. Антоненко М.В., Огурцова Ю.Н., Строкова В.В., Губарева Е.Н. Фотокаталитически активные самоочищающиеся материалы на основе цемента. Составы, свойства, применение // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. ВГ Шухова. 2020. № 3. С. 16-25. – https://doi.org/10.34031/2071-7318-2020-5-3-16-25

4. Лабузова М.В., Губарева Е.Н., Огурцова Ю.Н., Строкова В.В. Использование фотокаталитического композиционного материала в цементной системе // Строительные материалы. 2019. № 5. С. 16–21. – https://doi.org/10.31659/0585-430X-2019-770-5-16-21

5. Губарева Е.Н., Огурцова Ю.Н., Строкова В.В., Лабузова М.В. Сравнительная оценка активности кремнеземного сырья и фотокаталитического композиционного материала на его основе // Обогащение руд. 2019. № 6. С. 25. – https://doi.org/10.17580/or.2019.06.05

6. Строкова В.В., Губарева Е.Н., Огурцова Ю.Н. Оценка свойств кремнеземного сырья как подложки в составе композиционного фотокаталитического материала // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. ВГ Шухова. 2017. № 2. С. 6–12. – https://doi.org/10.1277/23819

7. Балыков А.С., Низина Т.А., Кяшкин В.М., Володин С.В. Оценка эффективности минеральных добавок в цементных системах при разработке фотокаталитических композиций «ядро – оболочка» // Нанотехнологии в строительстве. 2022. Т. 14, № 5. С. 405-418. – https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-5-405-418

8. Wang D., Hou P., Stephan D. Huang S., Zhang L., Yang P., Cheng X. SiO_2/TiO_2 composite powders deposited on cement-based materials: Rhodamine B removal and the bonding mechanism. Construction and Building Materials. 2020; 241: 118124. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118124

9. Fatimah I., Prakoso N.I., Sahroni I., Miqdam Musawwa M., Sim Y., Kooli F., Muraza O. Physicochemical characteristics and photocatalytic performance of TiO_2/SiO_2 catalyst synthesized using biogenic silica from bamboo leaves. Heliyon. 2019; 5:11. e02766. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02766

10. Pal A., Jana T.K., Chatterjee K. Silica supported TiO_2 nanostructures for highly efficient photocatalytic application under visible light irradiation. Materials Research Bulletin. 2016; 76: 353-357. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.12.040

11. Неровная С.В., Сивальнева М.Н., Строкова В.В., Огурцова Ю.Н., Губарева Е.Н., Клименкова Е.В. Кислотно-основные свойства поверхности микроармирующих фибр как компонента фотокаталитического композиционного материала для штукатурных смесей // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. 2023. № 10. С. 8–19. – https://doi.org/10.34031/2071-7318-2023-8-10-8-19

12. Strokova V., Gubareva E., Ogurtsova Y., Fediuk R., Zhao P., Vatin N., Vasilev Y. Obtaining and properties of a photocatalytic composite material of the "SiO_2–TiO_2" system based on various types of silica Raw Materials. Nanomaterials. 2021; 11: 866. https://doi.org/10.3390/nano11040866

13. Сычев М.М., Минакова Т.С., Слижов Ю.Г., Шилова О.А. Кислотно-основные характеристики поверхности твердых тел и управление свойствами материалов и композитов. СПб.: Химиздат, 2016. 276 с.

14. Miszczak S., Pietrzyk B. Anatase–rutile transformation of TiO_2 sol-gel coatings deposited on different substrates / Ceramics International. 2015; 41:7461-7465. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.02.066

15. Imran M., Riaz S., Naseem S. Synthesis and characterization of titania nanoparticles by solgel technique / Muhammad Imran et al.. Materials Today: Proceedings. 2015; 2: 5455 – 5461. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.11.069

16. Spectroscopic Investigation of the Anatase-to-Rutile Transformation of Sol–Gel-Synthesized TiO_2 Photocatalysts / Nicholas T. Nolan, Michael K. Seery, Suresh C. Pillai. The Journal of Physical Chemistry C. 2009; 113(36): 16151-16157. https://doi.org/10.1021/jp904358g

17. Байдарашвили М.М., Сахарова А.С. Исследование сорбционных свойств материалов с помощью физико-химического метода распределения центров адсорбции // Сорбционные и хроматографические процессы. 2020. Т. 20, № 1. С. 87–94. – https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2020.20/2383

18. Лопанов А.Н., Фанина Е.А., Гузеева О.Н. Кислотно-основные центры поверхности кварцевого песка в технологии электропроводящих строительных смесей // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. 2016. № 5. С. 58–63.

19. Баранова Н.В., Пашина Л.А., Косточко А.В. Сравнительный анализ некоторых методов определения кислотно-основных свойств поверхности твердых тел с точки зрения изучения адгезионного взаимодействия // Вестник Казанского технологического университета. 2014. Т. 17, №. 19. С. 33–36.

20. Цыганова Т.А., Антропова Т.В., Мякин С.В., Анфимова И.Н. Особенности формирования адсорбционных центров, термически модифицированных высококремнеземных пористых стекол // Физика и химия стекла. 2020. Т. 46, № 5. С. 475–481. – https://doi.org/10.31857/S0132665120050121

21. Постнова И.В., Сарин С.А., Карпенко Т.Ю., Щипунов Ю.А. Формирование фотокаталитически активного диоксида титана на мезопористом силикате с наночастицами серебра, синтезированными с помощью танина, выступающего в роли темплата и восстановителя // Доклады Российской академии наук. Химия, науки о материалах. 2020. Т. 495, № 1. С. 16–20. – https://doi.org/10.31857/S2686953520060114

22. Shilova O.A., Kovalenko A.S., Nikolaev A.M., Mjakin S.V., Sinel'nikov A.A., Chelibanov V.P., Gorshkova Y.E., Tsvigun N.V., Ruzimuradov O.N., Kopitsa G.P. Surface and photocatalytic properties of sol-gel derived TiO_2@SiO_2 core-shell nanoparticles. Journal of Sol-Gel Science and Technology. 2023; 108(2): 263-273. https://doi.org/10.1007/s10971-022-05943-5

23. Rimoldi L., Meroni D., Falletta E., Ferretti A.M., Gervasini A., Cappelletti G., Ardizzone S. The role played by different TiO_2 features on the photocatalytic degradation of paracetamol. Applied Surface Science. 2017; 424: 198-205. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.03.033

24. Баранова Н.В., Пашина Л.А., Нечипоренко А.П., Косточко А.В. Кислотные и основные центры поверхности нитратов целлюлозы // Журнал прикладной химии. 2015. Т. 88. № 1. С. 131–136.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Строкова Валерия Валерьевна – доктор технических наук, профессор РАН, заведующий кафедры материаловедения и технологии материалов Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, vvstrokova@gmail.com, http://orcid.org/0000-0001-6895-4511

Неровная Софья Владимировна – аспирант, младший научный сотрудник НИЛ «Самоочищающиеся покрытия» Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, nerovnaya.sofya@yandex.ru, http://orcid.org/0009-0007-1028-3066

Огурцова Юлия Николаевна – кандидат технических наук, доцент, старший научный сотрудник НИЛ «Самоочищающиеся покрытия» Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, ogurtsova.y@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0002-0199-7274

Губарева Екатерина Николаевна – кандидат технических наук, старший научный сотрудник НИЛ «Самоочищающиеся покрытия» Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, 43448504@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4854-6673

ВКЛАД АВТОРОВ

Строкова В.В. – научное руководство; разработка концепции и развитие методологии исследования; составление итоговых выводов.

Неровная С.В. – проведение экспериментальной работы; сбор и систематизирование экспериментальных данных; написание исходного текста статьи; составление выводов.

Огурцова Ю.Н. – литературный обзор; написание исходного текста статьи; анализ результатов исследования; консультирование по вопросам осаждения диоксида титана золь-гель методом.

Губарева Е.Н. – написание исходного текста статьи; графическое и табличное представление результатов исследования.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 08.07.2024; одобрена после рецензирования 05.08.2024; принята к публикации 12.08.2024.

MANUFACTURING TECHNOLOGY FOR BUILDING MATERIALS AND PRODUCTS

Original article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-342-354

CC BY 4.0

The use of geosynthetic materials to increase the bearing capacity of soil cushions

Saule Zh. Jumadilova[1], Vitaliy A. Khomyakov[2], Ainur K. Kenebayeva[1], Zhangazy N. Moldamuratov[1,3]*

[1] International Educational Corporation, Almaty, Kazakhstan
[2] Kazakh Research and Design Institute of Construction and Architecture, Almaty, Kazakhstan
[3] Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Saint Petersburg, Russian Federation

* Corresponding author: e-mail: zhanga_m_n@mail.ru

ABSTRACT

Introduction. The development of Kazakhstan's megacities has led the construction sites to the territories with weak, macroporous soils. Construction on such soils requires a set of measures to strengthen and improve their mechanical properties. **Methods and Materials.** The article discusses the development of a method of surface hardening by replacing weak soil. This development is associated with the use of different types geosynthetics. The principles of operation of a soil foundation reinforced with various geosynthetic materials are considered. The mechanical properties of geotextiles, geogrids and geogrids used to harden embankment soils have been studied. A new test procedure for geosynthetic materials has been developed. This procedure differs from the traditional method specified in GOST 32491 with a constant deformation rate. **Results and Discussion.** Tests of geosynthetic materials in kinematic mode have shown that a decrease in tensile strength is observed for all materials. The reduction ranges from 28% to 42% for different types of geogrids. The elongation at break decreased for the hexagonal and biaxial geogrid by 8.6% and 30%, respectively. An increase in relative elongation was noted for a uniaxial geogrid. According to geotextile, the tensile strength decreased by 15.7%, and the elongation increased by 26.5%. **Conclusion.** Research results have shown the effectiveness of the recommended reinforcement methods to increase the bearing capacity of the bases and the possibility of their application in various regions of Kazakhstan.

KEYWORDS: geosynthetic material, soil cushion, base, geogrid, deformation.

FOR CITATION:
Jumadilova S.Zh., Khomyakov V.A., Kenebayeva A.K., Moldamuratov Zh.N. The use of geosynthetic materials to increase the bearing capacity of soil cushions. *Nanotechnologies in Construction.* 2024; 16 (4): 342–354. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-342-354. – EDN: KBXJDR.

INTRODUCTION

The most intensively developed regions of the Republic of Kazakhstan are characterized by the presence of loess macroporous soils. Such soils are found throughout the territory of Kazakhstan and form mountain shelves and foothill surface deposits, which spread to a depth of several to tens of meters. By origin, such soils belong to alluvial deposits of the middle quaternary age and are represented by sandy loams or loams. These deposits belong to structurally unstable soils, especially in the case of active humidification and the effects of seismic loads and are spread to a considerable depth. These problems are especially relevant for the regions of Kazakhstan. In foothill areas, groundwater can spread both at depth and on the surface [1–3]. There is simultaneous moistening of both deep and surface layers of the soil. This leads to subsidence phenomena due to an increase in the specific gravity of loess deposits and an increase in the actual deformation of buildings and structures under construction.

It is recommended to carry out both surface and deep measures to strengthen weak soils for such geological profiles in Kazakhstan [4, 5]. It is prohibited to use subsidence soils as the foundations of structures without special measures to strengthen them and increase their bearing capacity.

Based on the construction experience, it is recommended to perform surface hardening by replacing soil

© Jumadilova S.Zh., Khomyakov V.A., Kenebayeva A.K., Moldamuratov Zh.N., 2024

in pits with a depth of 3–5 meters [6]. At a greater depth, soil replacement is usually time-consuming and economically impractical.

This article discusses some features of the constructive solution of the surface hardening method in the geological conditions of Kazakhstan.

Analyzing the geological structure of the geological profiles of the cities of Kazakhstan, the following patterns can be identified. Basically, all surface layers have subsidence properties and are characterized by type I or II subsidence. Usually, these deposits from a depth of 10 meters or more are underlain by non-sedimentary or water-saturated soils. To increase the bearing capacity of such bases, surface and deep soil hardening is performed. Methods of deep hardening were considered earlier by other authors [7–10]. In this article, we will consider the application of surface-hardening methods for soils in southern Kazakhstan.

Usually, surface hardening methods in the form of soil cushions are most applicable for ribbon and columnar foundations, but given the high seismicity of the regions of southern Kazakhstan, foundations in the form of a solid slab or in the form of cross ribbons are the most recommended. For these types, the technology of replacing weak soil with a more durable one is also actively used. However, in some conditions, in the presence of groundwater or structural features of buildings, the height of the cushion is limited. Therefore, measures are required to increase the bearing capacity and stiffness of soils. In such conditions, the use of geosynthetic materials seems to be the most effective [6, 7].

The use of geosynthetic reinforcement makes it possible to increase the bearing capacity, reduce precipitation, and use poor-quality backfilling or a thinner replaceable zone [11]. Previously, many studies were conducted, most of which were laboratory model tests and numerical analyses [12]. For bases reinforced with geosynthetic material, several load tests of large slabs and field tests were carried out. For example, researchers [5–9] reported tests of loading plates with sizes from 0.3×0.3 m to 0.9×0.9 m on sand reinforced with a geogrid, and reported a case study in which a gravel base reinforced with a geogrid was used to support a box culvert 2.8 m wide. Most experimental and numerical studies show that Geosynthetic reinforcement is effective for increasing the ultimate bearing capacity but less effective for reducing precipitation.

Researchers [10–15] have identified six potential types of destruction of geosynthetic bases, as shown in Figure 1. The destruction of the first layer, shown in Figure 1a, occurs when the distance from the foundation base to the uppermost reinforcement is too large and/or the filling soil is too weak. The destruction of the interlayer layer, as shown in Figure 1b, can develop when the distance between the geogrid is too large. A general fracture may develop inside a thick reinforced base with several layers of reinforcement, which includes one or more layers of reinforcement, as shown in Figure 1c. The applied stress at the base of the foundation extends to the underlying soil. When the reinforced zone is thin and the underlying soil is weak, the distributed foundation may fail due to the low strength of the weak soil, as shown in Figure 1d. When the reinforced foundation is thin but wide, and there is

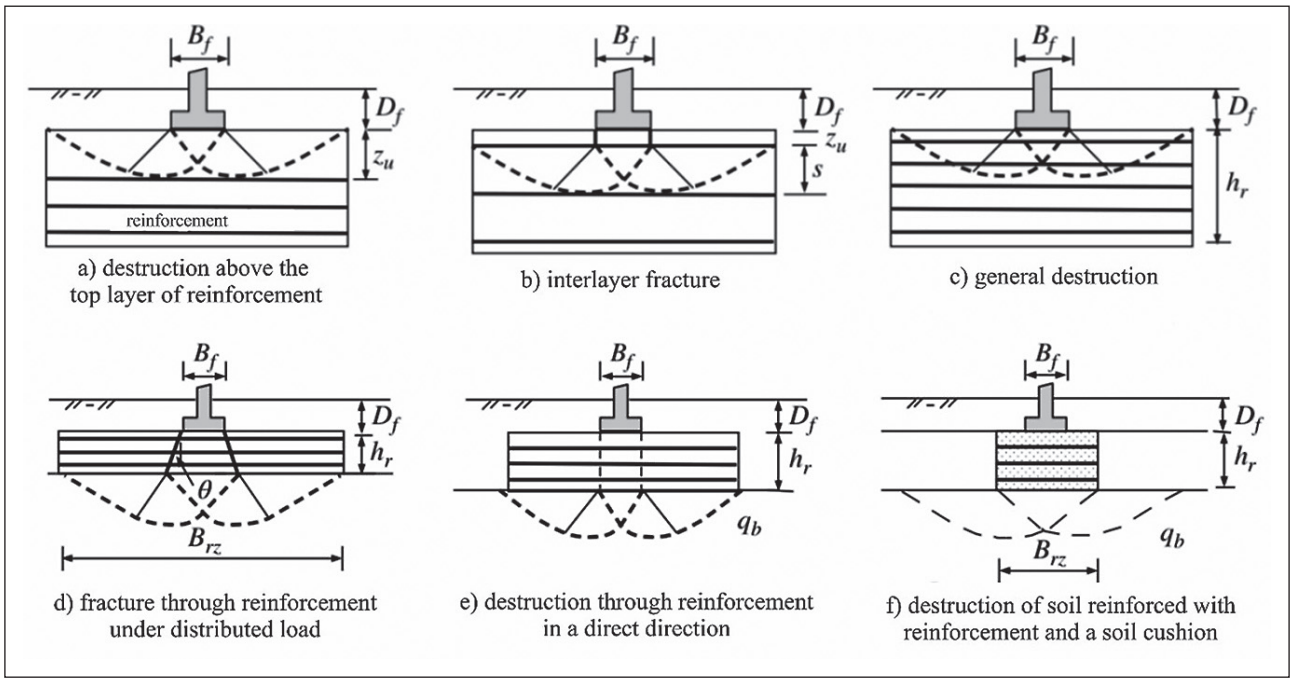


Fig. 1. **Types of destruction of the base reinforced with a geogrid**

weak soil underneath, the foundation can penetrate the reinforced area, as shown in Figure 1e. Figure 1f shows the advance of the reinforced zone into weak soil due to the narrow-reinforced zone and the presence of underlying weak soil.

METHODS AND MATERIALS

The work of the bases with surface reinforcement

When static load tests on slabs are carried out on an unreinforced and reinforced foundation, typical results are obtained. Figure 2 shows that reinforcement increases the bearing capacity and modulus of deformation, as well as reduces the foundation draft [14, 15]. An increase in load-bearing capacity is often expressed by a load-bearing coefficient (BCR) as follows:

$$BCR = q_{ult,r} / q_{ult,u}, \quad (1)$$

where: $q_{ult,u}$ – is the maximum bearing capacity of non-reinforced soil; $q_{ult,r}$ – is the maximum bearing capacity of reinforced soil.

$$MIF = k_r / k_u = E_r / E_u, \quad (2)$$

where: k_r – is the reaction modulus of the reinforced foundation earthbed; k_u – is the reaction modulus of the reinforced foundation earthbed; E_r – is the modulus of elasticity of the reinforced foundation; E_u – is the modulus of elasticity of the non-reinforced foundation.

When the distance between the geogridges is large, destruction can occur between the uppermost and the next geogrid, as shown in Figure 1b. The ultimate bearing capacity in case of destruction of the intermediate layer is determined by the resistance of the base, the tensile strength of the uppermost geogrid, and the lateral contact resistance of the soil and the grid:

$$q_{ult,r} = BCR \cdot q_b + \frac{2C_1 c_a z_u}{B_f} + 2\gamma_r' \left(1 + \frac{2D_f}{z_u}\right) \frac{K_s tan\varphi_r}{B_f} + \frac{2C_1 T_a tan\delta}{B_f} - \gamma_r' z_u, \quad (3)$$

where BCR – is the coefficient of bearing capacity when the foundation is located at a depth of $D_f + z_u$ (accepted in the range from 1.0 to 3.0); q_b – is the maximum bearing capacity of an unreinforced foundation at a depth of the sole of $D_f + z_u$; C_1 – is a constant (2 for a square foundation and 1 for a solid foundation); ϕ_r – is the friction angle of the reinforced filling; γ'_r – is the effective specific gravity of the reinforced filler; K_s – is the penetration coefficient proposed by Meyerhoff and Hannah; T_a – is the permissible tensile strength of the reinforcement; c_a – is the adhesion between the perforating wedge and the reinforced filler; δ – is the angle of friction between the punching wedge and the reinforcing filler.

Of the parameters given in the formula, the most important are the tensile strength of the reinforcement, adhesion, and the angle of friction between the filler material and the reinforcing element.

Previous studies [15–18] have established that the tensile strength of geosynthetic materials is closely related to the mass per unit area. Geotextiles with a higher mass per unit area are usually stronger than lightweight geotextiles. It is also established for geosynthetics that the tensile strength depends on the deformation rate at which the sample is tested. At a low deformation rate, the measured strength tends to be lower and is achieved with a higher fracture strain value. Conversely, at a high strain rate, the measured strength tends to be higher and is achieved with less fracture strain.

When a geosynthetic is used to reinforce a soil mass, the bond between the soil and the geosynthetic must be sufficient to prevent the soil from sliding over the geo-

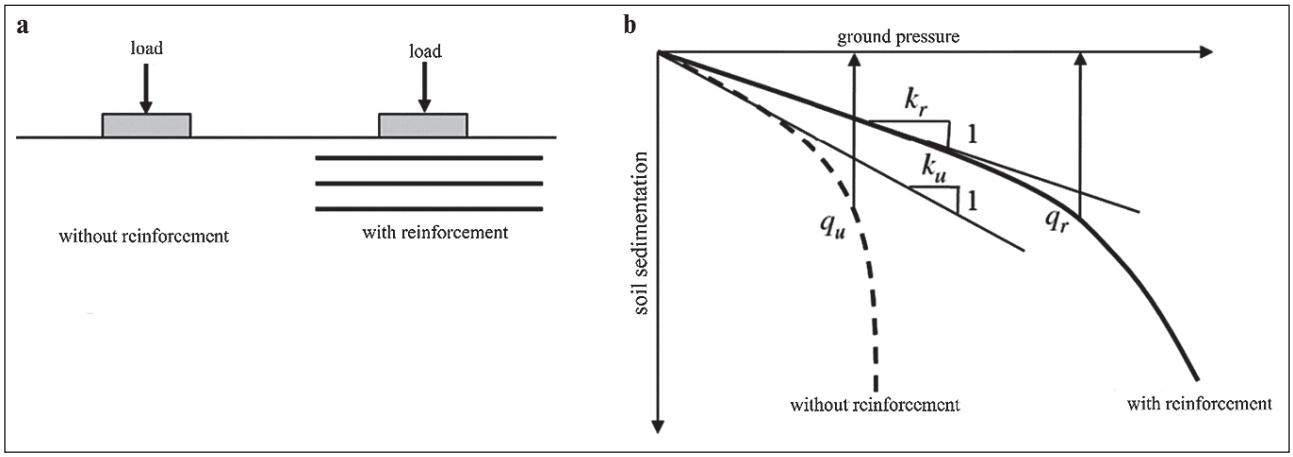


Fig. 2. **The difference between reinforced and non-reinforced soil**

synthetic or pulling the geosynthetic out of the soil when mobilizing the tensile load in geosynthetics. The relationship between geosynthetics and soil depends on the interaction of their contact surfaces [16–20]. Thus, the interaction of soil-geosynthetics through friction at the interface and/or blocking characteristics is a key element in the characteristics of reinforced soil massifs. This is especially important for structures such as retaining walls, slopes, foundation bases, and embankments, as well as in other areas where the interaction between soil and geosynthetics is important to ensure the stability of the soil material to ensure the required slip or separation in the field. The interaction is mainly responsible for the transfer of stresses from the soil to the geosynthetics. In all cases, the interaction properties are used to determine the bond length of the geosynthetic material needed outside the critical zone. Two types of tests are currently used to assess the interaction of soil and geosynthetics. These include a forward shear test using a shear box and a tear-off/anchoring test [14–19].

The basic principle of these tests is that to move a solid object weighing W along a horizontal plane, the application of a horizontal force μW is required, where μ is the coefficient of friction between the object material and the plate material [18–24].

In the direct shear test, the shear resistance between the geosynthetic and the soil is determined by placing the geosynthetic and the soil in a direct shear box divided into upper and lower halves (Fig. 3a). The geosynthetic sample is fixed along the edge of the box, where the shear force acts. A constant normal force is applied to the box, representing the design stresses. By holding the lower half of the box stationary, the upper half is subjected to shear force according to a stepwise loading scheme or with a constant deformation rate. The shear force is recorded as a function of the horizontal displacement of the upper half of the shear box. The test is performed on at least three different normal compressive stresses selected to simulate the appropriate field conditions. The limit values of tangential stresses, usually peak and residual tangential stresses, are plotted relative to the corresponding values of the applied normal stresses. The installation diagram and the test results according to this scheme are shown below. The tests according to scheme b in Figure 3 are not discussed in this paper yet.

Laboratory study of the properties of geosynthetic materials

To study the physical and mechanical properties, the following types of materials were selected: hexagonal geogrid TX-170, polypropylene geogrid SD-40, uniaxial polypropylene geogrid CO-90, and nonwoven geotextile PP 250 (Fig. 5 a, b, c, d).

In this study, the main parameters to be studied are the tensile strength and elongation at break. These parameters are studied by conducting a tensile test, in which a tensile force is applied to the sample, and a curve of the dependence of the tensile force on elongation is constructed.

The tensile strength is usually determined by a wide band tensile test, which is performed on a 200 mm wide geosynthetic strip with an estimated length of 100 mm (ASTM, 2011b). A geosynthetic sample with a width of 200 mm across the entire width is captured by the clamps of a tensile strength testing machine and stretched in one direction at a predetermined constant speed until the sample breaks. During the stretching process, both the load and the strain are measured. However, this technique does not accurately simulate the operation of geosynthetic materials in a ground environment. At the base of the structure, the soil is loaded in steps, and, accordingly, the geosynthetic material is also loaded in steps. Therefore, in addition to tests on a bursting machine, where force is applied at a constant speed, tests were carried out with a stepwise application of a tensile load to failure, as well as tests of a long-term constant load to determine the threshold of plastic flow of the material.

The power frame installations shown in Figure 4 were used to carry out these tests.

The installations allow testing with stepwise and long-term loading of samples. A vise clamp made following GOST 32491-2013 was used to hold the prototypes.

Each power plant has upper and lower vise clamps. The upper clamp is pivotally fixed to the crossbar of the

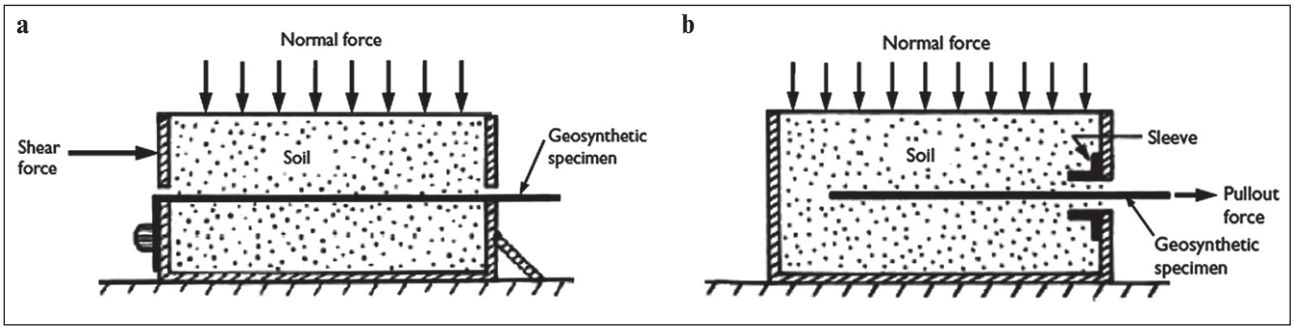


Fig. 3. **The scheme of testing for the interaction of soil and geosynthetics:** a – direct shear tests, b – pull-out test

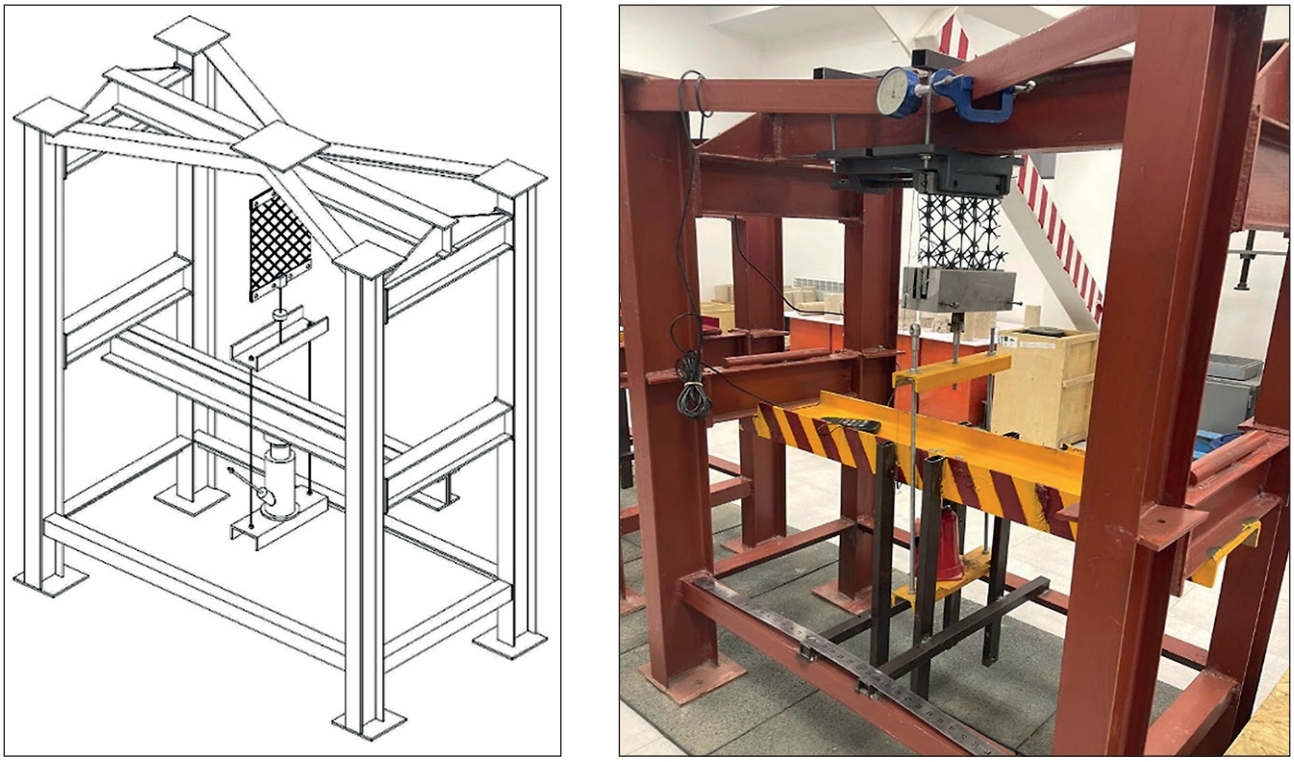


Fig. 4. **Installation for testing geosynthetic materials**

power frame, while the lower clamp is also pivotally connected to the upper frame channel of the thrust frame. With the help of a thrust frame and a jack, the tensile force is transferred to the test sample (Fig. 4). Deformations of the movable clamp are measured using an electronic deflection meter PSK MG-4, and the force value is measured with a dynamometer DMC 10 kN.

Another installation was used to identify the characteristics and behavior of geosynthetic materials under the influence of prolonged time. The difference between this installation is that the tensile force is applied using a rocker arm supported on a support channel. The gear ratio of the rocker's arm is 1:10, and the load on the rocker's arm is created by exemplary weights weighing 1.0–3.0 kg. This design solution allows you to maintain a given constant load for a long time. To measure the movement of the moving part of the clamp, electronic deflection meters PSK MG-4 with a division price of 0.01 mm are used. Two deflection meters are used, located on both sides of the sample, to determine the average deformation. An electronic dynamometer DMS 10 kN is used to measure the axial force from the power jack.

Since the work of geosynthetic material is assumed to be part of the soil, together with the soil of the foundation of buildings and structures, in addition to the generally accepted methodology according to GOST 32491-2013, the features of the methodology for studying soil properties according to GOST 12248.1-2020 were used. Recommendations were used regarding the exposure of the values of the loading stages and the time of conditional stabilization of deformations during tests of gravelly and sandy soils.

The tensile strength is determined by the tensile test of a wide strip with a width of 200 mm with an estimated length of at least 100 mm. The test sample with a width of 200 mm is gripped along the entire width with standard tensile strength test clamps and stretched in the vertical direction. The load on the sample is applied in steps of 15 kN and maintained from 0.5 to 1.0 hours until the deformations are stabilized. The criterion for conditional stabilization of deformation is the rate of stamp precipitation, which does not exceed 0.1 mm during the specified time. During the stretching process, the load is measured by a dynamometer. The increase in the true calculated length of the sample at any given load is measured using electronic deflection meters of the PSK-MG4 brand (Fig. 5).

The width of the sample is preserved more than its length since some geosynthetics tend to shrink under load around the calculated length. The large width reduces the shrinkage effect of such geosynthetic materials and, approaching the conditions of flat deformation, more accurately simulates the deformation experienced by geosynthetic material when introduced into the soil in the field.

The preparation and loading of samples during long-term tests are like rupture tests. During long-term tests, reference weights weighing 3 kg each were used to transfer the load to the samples through a rocker's arm with a gear ratio of 1:10. The load was applied in steps of 0.1

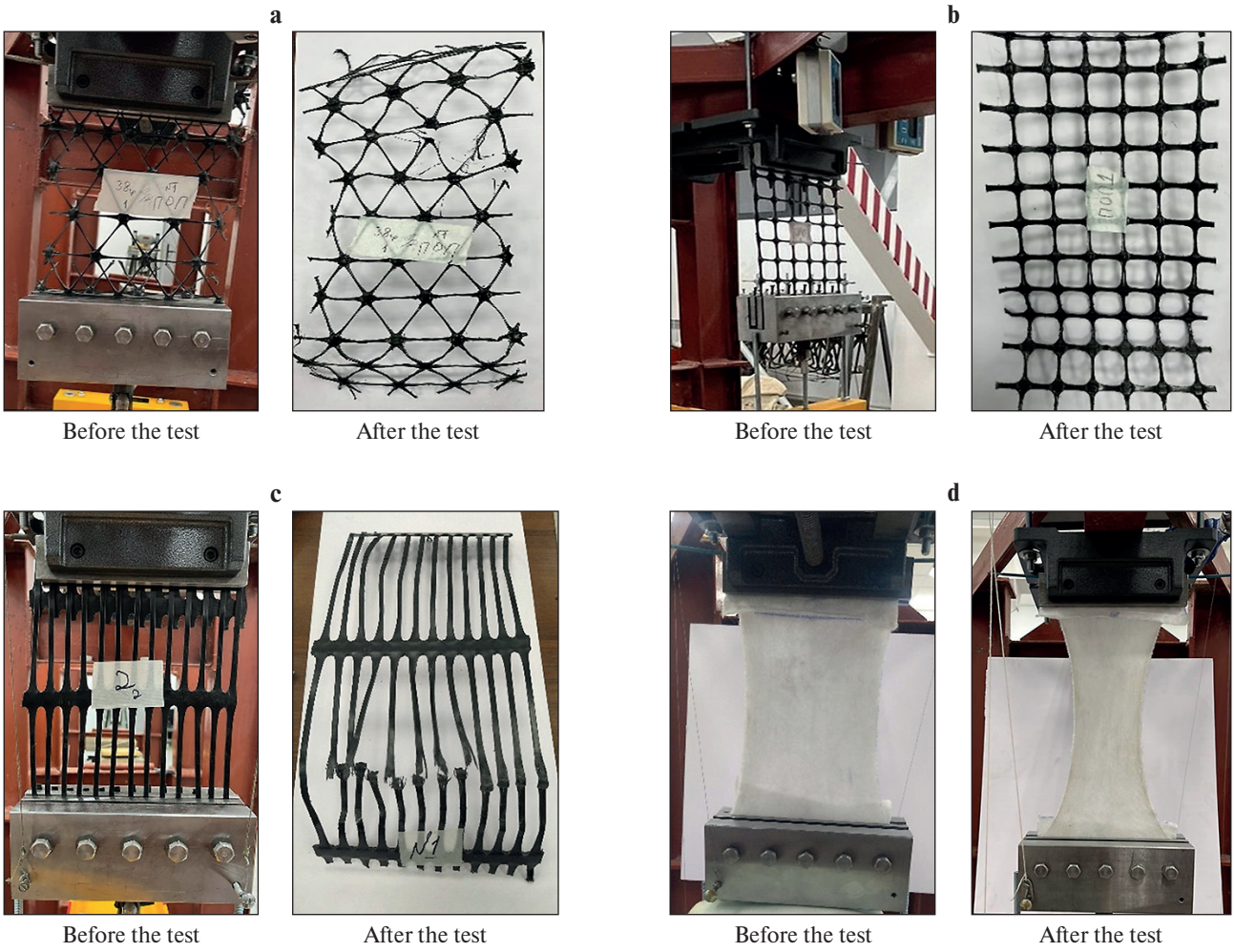


Fig. 5. **Types of materials before and after the test:** a – type of hexagonal geogrid TX-170; b – type of polypropylene geogrid CD-40; c – uniaxial geogrid CO-90 polypropylene; d – uniaxial geogrid CO-90 polypropylene

of the maximum tensile loads according to the passport data of the geosynthetic material. The deformation rate of the sample, not exceeding 0.1 mm over a period of 0.5 to 1.0 hours, was taken as the criterion for conditional stabilization of deformation. However, for some materials, such as geotextiles, the tests lasted several days (Fig. 5).

The samples were prepared under the recommendations of GOST 32491-2013. Samples with a nominal width of 200 mm (excluding fringe) and sufficient length to ensure that the distance between the clamps is at least 100 mm were prepared for the test; in this case, the length of the sample should be parallel to the direction of application of the tensile force (Fig. 5).

The test sample must contain at least one row of nodes or transverse elements, excluding nodes of transverse elements fixed in clamps. For materials with a pitch of less than 75 mm, the sample must contain at least four complete stretchable elements (ribs) in the width direction. Materials with a pitch of more than 75 mm, but less than 120 mm, must contain at least two complete stretchable elements in the width direction. For materials with a pitch of more than 120 mm, it is allowed to test single ribs (Fig. 5).

The tensile strength T_{max}, kN/m, is calculated directly from the data of the test-breaking machine according to the formula:

$$T_{max} = F_{max} * c, \quad (4)$$

where F_{max} – is the registered maximum force, kN; c – is the value derived from formula (4) or (5), respectively.

For non-woven, woven, and threadbare geotextiles, as well as geosynthetic clay barriers (bentonite mats)

$$c = 1 / B, \quad (5)$$

where B - is the average nominal width of the sample, m.

For geogrids or similar geosynthetic materials with an open structure

$$c = N_m / n_s, \quad (6)$$

where: N_m – is the average number of stretchable elements over a width of 1 m of the test sample for the test; n_s – is the number of stretchable elements within the test sample for the test.

The deformation (elongation) as a percentage at maximum load should be recorded and indicated in the test report with an accuracy of 0.1%. Deformation (elongation) at maximum load is defined as a registered increase in the length of the test sample (in millimeters) from the pre-tension level to the maximum load, multiplied by 100 and divided by the true calculated length (in millimeters).

The true design length is defined as the nominal design length plus the elongation from the start of the test to the pre-tension level.

Testing of properties at the soil-geosynthetics boundary

The scheme (Fig. 3a) was used for testing, according to the principle of direct shear testing. The design diagram of the device is shown in Figure 6. The design of the shear device provides an initial vertical pressure on the sample (from the weight of the stamp and measuring instruments on it) of no more than 0.025 MPa.

A direct shear test can be performed to study the friction characteristics along the geosynthetic-geosynthetic interface by placing a geosynthetic sample between the lower and upper halves of the shear device holder.

Two series of tests of gravel soil were carried out in the shear device. The first series was carried out to determine the strength parameters of gravel soil only in accordance with GOST 12248.1-2020. In the second series, a geogrid was placed in the shear plane of the shear device. To conduct experiments with geosynthetic grids, a modified version of the single-plane slice device was used, the general view of which is shown in Figure 7. The device is equipped with a special device for fixing geosynthetic material.

The operation of the device is organized in the power loading mode (controlled deformation mode) with the ability to control both tangential stresses and shear deformations at any time. The movement of the lower movable holder of the device is created using a hydraulic jack.

To carry out the test, the device clips are filled in layers with gravel soil, compacting it every 5–7 cm. The soil fills the cylinder until its surface is 5 cm below the level of the upper cage. Then a stamp, jacks, and sensors are installed to measure vertical and horizontal deformations. Shear tests are carried out at least three times at compressive normal stresses, simulating the operation of the system in the field.

The above-described design of the vertical loading system ensures uniform transmission of normal pressures to the soil sample, which contributes to the uniformity of the deformed state of the soil in the cut plane.

RESULTS AND DISCUSSION

The analysis of the results shows that the tests according to the step loading scheme with an exposure to stabilize a certain level and a comparison of the results with the passport data obtained according to GOST 32491 revealed the following results (Tab. 1). For all materials,

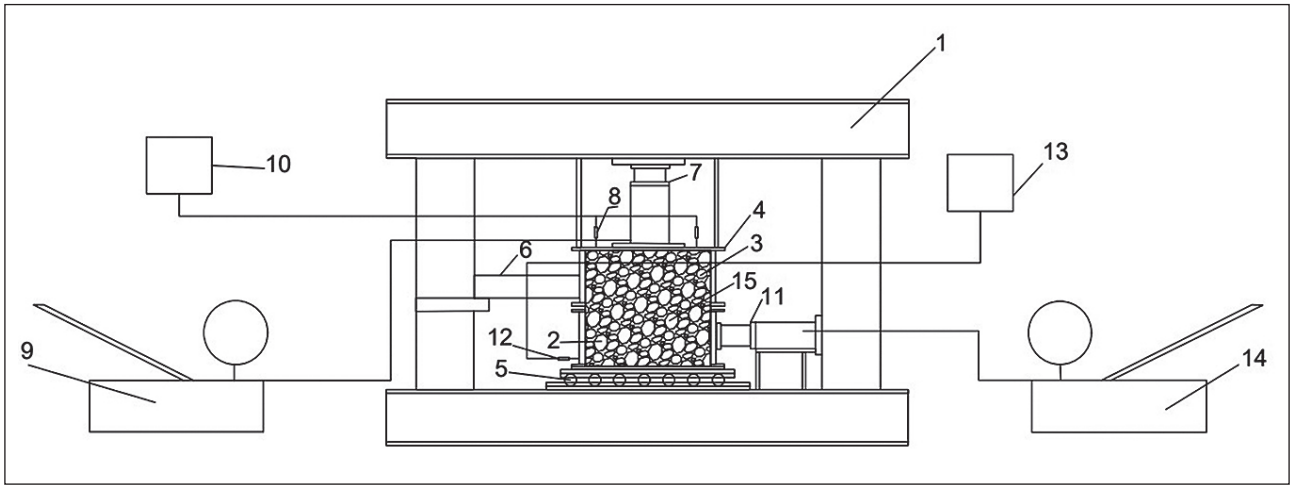


Fig. 6. **General diagram of a shear device with a sample diameter of 41 cm:** 1 – power frame; 2 – movable cage; 3 – fixed cage; 4 – upper stamp; 5 – balls on skids; 6 – stop; 7 – vertical jack; 8 – displacement sensors; 9 – manual pumping station for vertical 10 – a unit for measuring vertical movements; 11 – a jack for horizontal movement; 12 – a deflection meter; 13 – a unit for measuring horizontal movements; 14 – a manual pumping station for a horizontal jack; 15 – a soil sample

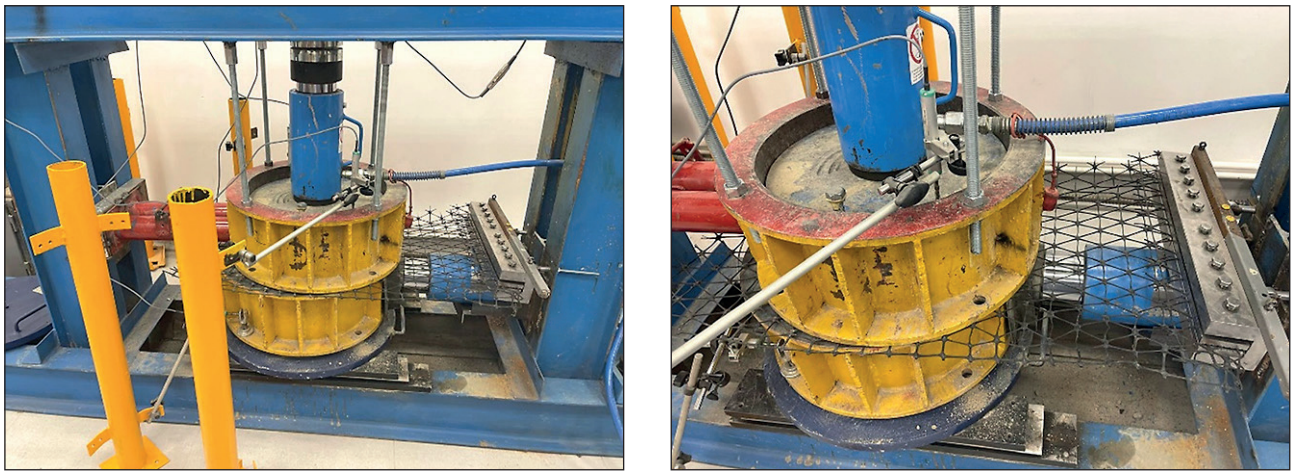
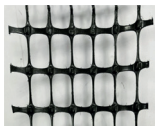


Fig. 7. **View of a modified shear device for testing with geosynthetics**

there is a decrease in tensile strength, which ranges from 28% to 42% for geogrid types. The elongation at break decreased for the hexagonal and biaxial geogrid by 8.6% and 30%, respectively. For a uniaxial geogrid, the relative elongation increased by 45%. For geotextiles, the test conditions also had an impact on its mechanical properties. The tensile strength decreased by 15.7%, while the elongation increased by 26.5% (Fig. 8).

Table 1
Test results of geosynthetic materials

No.	Type of material	Material density g/m^2	Maximum tensile load F_{max}, kN	Test results data		Passport data of materials	
				Tensile strength, T_{max}, kN/m	Elongation at break not less than, %	Tensile strength, kN/m	Elongation at break not less than, %
Hexagonal geogrid TX-170							
1		290	3.16	14.7	13.7	21	15
Polypropylene geogrid SD-40 «Geomax»							
2		530	5.73	28.65	7.3	40	10.5
Uniaxial geogrid CO-90 polypropylene							
3		690	11.15	51.5	14.5	90	10
“Non-woven geotextile” PP, 250							
4		250	0.70	7.0	25.3	8.3	20

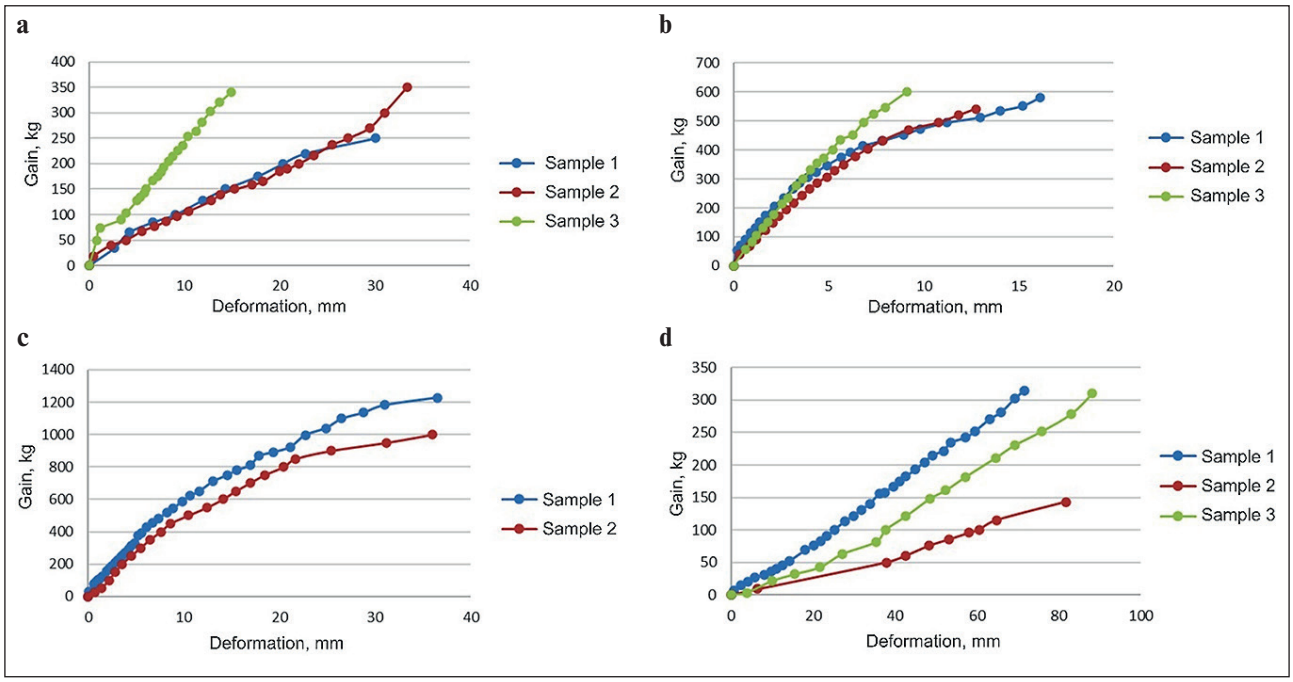


Fig. 8. **Stretching diagrams of samples:** a – hexagonal geogrid TX-170; b – polypropylene geogrid SD-40; c – uniaxial geogrid CO-90; d – "Non-woven geotextile"

The resulting differences in the properties of materials can be explained by their special characteristics as polymer materials, which manifest themselves differently when loaded with a constant strain rate and when loaded in stages with strain stabilization control. The viscoelastic behavior of geosynthetic materials can lead to misleading results in both long-term and rapid tensile tests. Tests carried out to obtain design parameters must also consider long-term conditions and the influence of the surrounding soil. It was found that geosynthetic retention in the soil in the field and the associated adhesion of soil particles to the geosynthetic structure has a significant effect on stress-strain properties.

The shear tests were carried out with gravel soil with a maximum particle size of no more than 30 mm and a content of large fractions of no more than 30%. The tests were performed at constant vertical loads of 0.1 MPa, 0.2 MPa and 0.3 MPa. The main results are shown in Figure 9.

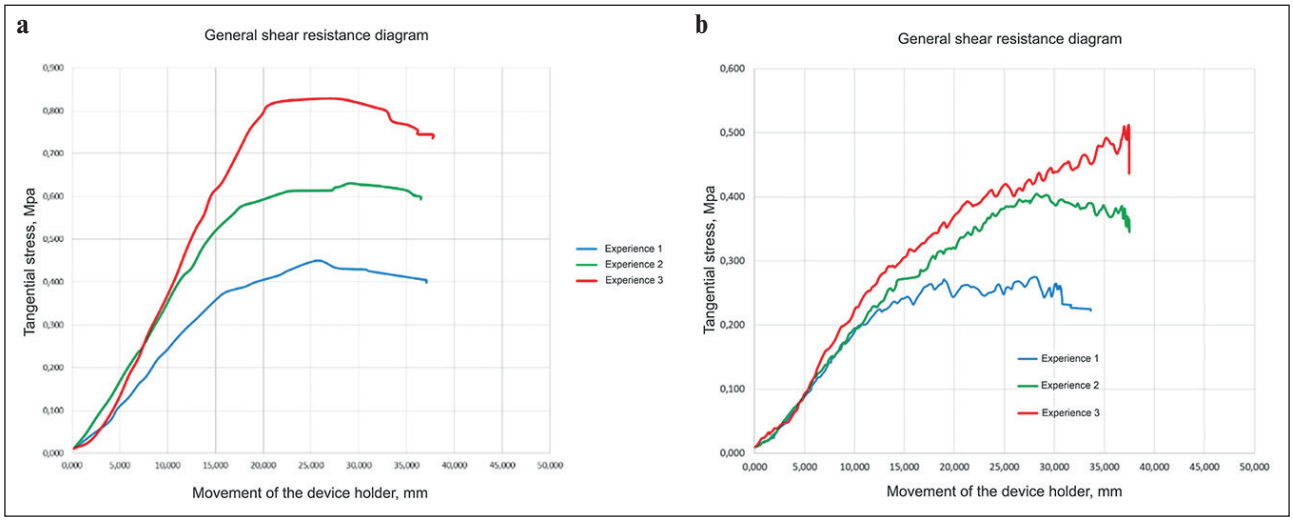


Fig. 9. **Test results in a shear device:** a – shear resistance of gravel soil (adhesion C = 0.2583MPa, angle of internal friction φ = 62°); b – shear resistance with a geogrid in the shear plane (adhesion C = 0.16MPa, angle of internal friction φ = 49.4°)

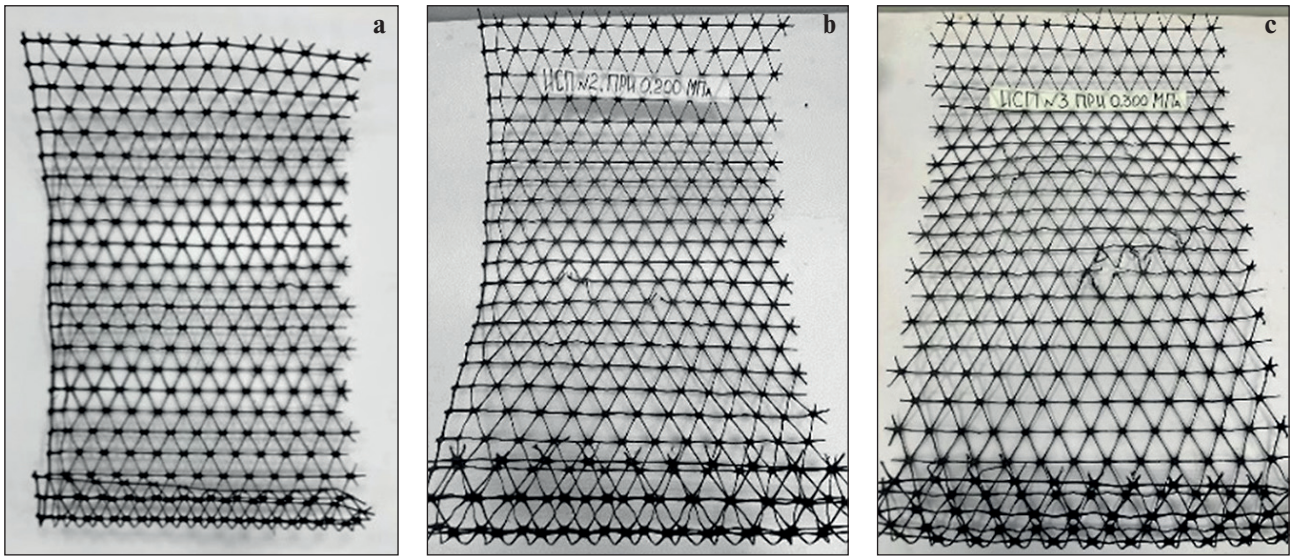


Fig. 10. **View of the hexagonal lattice after the shear test:** a – at a voltage of 100kPa; b – at a voltage of 200kPa; c – at a voltage of 300kPa

The shear resistance is characterized by both peak and residual values. The peak strength values for gravel material are specific adhesion C = 0.258 MPa and internal friction angle φ = 62°. The residual strength is not clearly fixed, so it is not being discussed yet. In tests with a geogrid in the shear plane, peak values show a specific adhesion of C = 0.16 MPa and an internal friction angle of φ = 49.4°.

The shear resistance process involves the movement and rolling of soil particles at the lattice boundary. The activity of particle participation in the shift indicates the presence of traces of local geogrid gusts. At a normal voltage of 100 kPa, the traces of gusts are almost invisible (Fig. 10a). At normal stresses of 200 kPa and 300 kPa, the traces of gusts become larger as stresses and deformations increase (Fig. 10 b, c). Thus, it should be stated that the process of shear resistance at the boundary of geosynthetics and soil should be considered as a complex shear process depending on the type of geosynthetic and granulometric properties of the soil material.

Earlier studies [25–29] showed that the angle of internal friction is φ = 43°, 38°, 36°, 35°, 41° accordingly, for sand-sand, sand-needle-punched non-woven geotextile, sand-thermally bonded non-woven geotextile, sand-lightweight woven geotextile and sand-geogrid (calculated according to BS EN ISO 13738 (BSI, 2004a)). Our research has shown that the friction angle for gravel soil with a geogrid is 49.5°. This value fits into the general pattern of the above data. Usually [14] the friction angle for soil geotextiles is taken between (2/3) φ and φ, where φ is the angle of soil shear resistance. We obtained the angle of internal friction for gravel soil as φ = 62°. Therefore, the ratio of the friction angle for soil-geotextile was 3/4 φ. We believe that this result is explained by the large fraction of gravel soil and the size of the geogrid cells.

As noted by other researchers [1, 2, 4, 5, 8, 12], a direct shear test is not suitable for determining the exact relationship between stress and strain due to the uneven distribution of shear and displacement forces within the chamber of a shear device. The total resistance can be a combination of sliding, rolling, and adhesion of soil particles and geosynthetic surfaces, as well as shear stress inside the geosynthetic sample. The shear resistance may vary on different sides of the geosynthetic material and vary depending on the direction of the shear relative to the orientation of the geosynthetic material.

CONCLUSION

In conclusion, the following conclusions can be drawn:

1. Most of the intensively built-up territory of southern Kazakhstan is located on soils with specific properties. These include subsidence, loess, swelling, and waterlogged weak soils. It is known from construction practice that during the construction of buildings in such conditions, measures are required to strengthen the soils of the foundations.

2. Hardening of the surface layers of the soil using the method of replacement with a more durable material is the most common and technologically advanced. However, the method has limitations on the depth of the cushion (5-6 meters is recommended for Kazakhstan) and the type of material used to replace it. In Kazakhstan, local clay soil is usually used as a newly compacted soil, various methods are used to improve the physical and mechanical properties of which. One of these methods

is hardening using geosynthetic materials. In this case, a composite array with physico-mechanical properties is formed, which is determined by the properties of the soil and geosynthetic material.

3. Tests of geosynthetic materials in kinematic mode have shown that for all materials there is a decrease in tensile strength. The reduction ranges from 28% to 42% for different types of geogrids. The elongation at break decreased for the hexagonal and biaxial geogrid by 8.6% and 30%, respectively. An increase in relative elongation was noted for a uniaxial geogrid. According to geotextile, the tensile strength decreased by 15.7%, and the elongation increased by 26.5%. The data obtained most likely reflect the long-term strength of the materials.

4. Tests on a modified shear device, conducted on the example of gravel soil, showed that the effectiveness of improving the mechanical properties of soil cushions reinforced with geosynthetic materials depends on the accuracy of determining the properties at the geosynthetic-soil boundary.

5. The data presented in the article are obtained only for static conditions of reinforced soil cushions. The influence of seismic action on the hardened base can reveal factors that will adjust the performance of reinforced cement columns, as well as to the performance of hardened soil massifs. These factors are to be studied in our subsequent studies and will be used in recommendations for real projects.

REFERENCES

1. Sitek W., Kozłowski F., Kiersnowska A., & Dohojda M. The application of hexagonal geogrid as a reinforcement element of the base of a road embankment. *Acta Scientiarum Polonorum. Architectura*. 2023; 22: 102–109. https://doi.org/10.22630/aspa.2023.22.11

2. Dhanya K. A., Vibha S., & Divya P. V. Coupled Flow-Deformation Analysis of MSE Wall Reinforced with Hybrid Geogrids. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(4). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00466-7

3. Razeghi H.R. & Ensani A. Clayey Sand Soil Interactions with Geogrids and Geotextiles Using Large-Scale Direct Shear Tests // *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(2). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00443-0

4. Abdi M.R., Tabarsa A. & Haghgouy P. Evaluation of Soil–Geometrically Modified Geogrid Interaction in Direct Shear Mode. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(5). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00479-2

5. Shi D., Niu J., Zhang J., Chao Z. & Fowmes G. Effects of particle breakage on the mechanical characteristics of geogrid-reinforced granular soils under triaxial shear: A DEM investigation. *Geomechanics for Energy and the Environment*. 2023; 34. https://doi.org/10.1016/j.gete.2023.100446

6. Lukpanov R., Dyussembinov D., Zhantlesova Z. & Yenkebayeva A. Evaluation of tensile strength characteristics of geosynthetic materials designed to ensure embankment stability. *Technobius*. 2023; 3(2): 0036. https://doi.org/10.54355/tbus/3.2.2023.0036

7. Mohammed S.A., Naimi S. & AbdulKareem A.H. The effect of geogrid reinforcement of embankment over soft foundation. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*. 2022; 10(6): 5–27. https://doi.org/10.21533/pen.v10i6.3345

8. Jin J., Liang X., Yang G. & Zhou Y. Test Studies on Geogrid–Soil Interface Behavior under Static and Dynamic Loads. *Sustainability (Switzerland)*. 2022; 14(7). https://doi.org/10.3390/su14074299

9. Gao Y.X., Zhu H.H., Ni Y.F., Wei C. & Shi B. Experimental study on uplift behavior of shallow anchor plates in geogrid-reinforced soil. *Geotextiles and Geomembranes*. 2022; 50(5): 994–1003. https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2022.06.006

10. Jayanandan M. & Viswanadham B.V.S. Evaluation of the Behavior of Geogrid-Reinforced Soil Walls Subjected to Rainfall Through Centrifuge Model Tests. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2022; 9(6). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00487-2

11. Lu L., Chen B., Wang Z., Wang S. & Arai K. Study on seismic stability and performance of reconstruction embankment using geogrid reinforced soil technology. *Transportation Geotechnics. Elsevier Ltd*. 2024; https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2023.101148

12. Eissa A., Alfaro M., Bartz J.R., Bassuoni M.T. & Bhat S. Soil-Reinforcement Interaction of a Geogrid–Geotextile Composite. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(6). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00506-2

13. Kumar S. & Singh S.K. Subgrade soil stabilization using geosynthetics: A critical review. *Materials Today: Proceedings*. 2023; https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.04.266

14. Cui K., Zhang D., Li Q., Yang S. & Zhang H. Experimental investigation on the accumulated strain of coarse-grained soil reinforced by geogrid under high-cycle cyclic loading. *Geotextiles and Geomembranes*. 2023; 51(1): 233–244. https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2022.11.001

15. Liu W., Li H., Yang Y., Xu P., Dai Z., Yang G. & Wang Z. Study on Improvement Characteristics of a Novel Geotextile with Stitched Transverse Ribs. *Applied Sciences (Switzerland)*. 2023; 13(3). https://doi.org/10.3390/app13031536

16. Gao J., Liu L., Zhang Y. & Xie X. Deformation mechanism and soil evolution analysis based on different types geogrid reinforced foundation. *Construction and Building Materials*. 2022; 331. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127322

17. Derksen J., Fuentes R. & Ziegler M. Geogrid-soil interaction: Experimental analysis of factors influencing load transfer. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers: Geotechnical Engineering*. 2022; https://doi.org/10.1680/jgein.21.00110

18. Wang G., Zhang X., Liu X., Chang Z. & Liu Z. Large-scale Field Tests of the Performance of Geogrid-reinforced Piled Embankment over Soft Soil. *KSCE Journal of Civil Engineering*. 2024; 28(2): 655–672. https://doi.org/10.1007/s12205-023-0837-y

19. Bekbasarov I., Nikitenko M., Shanshabayev N., Atenov Y. & Moldamuratov Z. Tapered-prismatic pile: driving energy consumption and bearing capacity. *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Series of Geology and Technical Sciences*. 2021; 6(450): 53–63. https://doi.org/10.32014/2021.2518-170X.119

20. Khomyakov V.A., Gumenyuk V.V. & Dursynov S.B. Restoring the serviceability of buildings in areas where loess macroporous foundations are widespread. *Industrial and Civil Construction*. 2022; 8: 48-56.

21. Khomyakov V.A., Shalkaev B. & Emenov Yu.M. Application of various methods of soil strengthening for stabilization of slopes in seismic areas. *Scientific and practical magazine for designers and builders*. 2020; 1: 11-14.

22. Das K., Chattaraj S. & Bandyopadhyay K. Review on the Application of Geosynthetic for Ground Improvement. *Lecture Notes in Civil Engineering*. 2023; 298. https://doi.org/10.1007/978-981-19-6774-0_8

23. Suleimenov Z.T., Sagyndykov A.A., Moldamuratov Z.N., Bayaliyeva G.M., & Alimbayeva Z.B. High-strength wall ceramics based on phosphorus slag and bentonite clay. *Nanotechnologies in Construction*. 2022; 14(1): 11–17. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-1-11-17

24. Shukla S.K. An Introduction to Geosynthetic Engineering. *In An Introduction to Geosynthetic Engineering*. 2016. https://doi.org/10.1201/b21582

25. Korobova O. & Loshchev V. Technology for Strengthening Earth Mound's Foundations, Reinforced with Geosynthetic Materials. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020; 953(1). https://doi.org/10.1088/1757-899X/953/1/012063

26. Thamer L. & Shaia H. The Effect of Geotextile Layers and Configuration on Soil Bearing Capacity. *Mathematical Modelling of Engineering Problems*. 2021; 8(6). https://doi.org/10.18280/mmep.080608

27. Khomyakov V.A., Gumenyuk V.V. & Dursynov S.B. Comparison of the results of calculation of the bases of high-rise buildings PC Midas and PC Plaxis. *Bulletin of Kazakh Leading Academy of Architecture and Construction*. 2022; 84(2): 328–338. https://doi.org/10.51488/1680-080x/2022.2-36

28. Lavrov A.S., Khomyakov A.P. & Nikulin V.A. Methodic for simulation of mixing the processes with large content of the solid phase. *Central Scientific Library of the Urals Branch of the Russian Academy of Sciences*. 2018; 151–162. https://doi.org/10.32460/ishmu-2018-6-0018

29. Jakiyayev B.D., Moldamuratov Z.N., Bayaliyeva G.M., Ussenbayev B. U. & Yeskermessov Z.E. Study of local erosion and development of effective structures of transverse bank protection structures. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*. 2021; 9(3): 457–473. https://doi.org/10.21533/pen.v9i3.2191

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Saule Zh. Jumadilova – PhD doctoral student, Assistant professor of the Department of Industrial and Civil Engineering, International Educational Corporation, Almaty, Kazakhstan, saule_dzhumadilo@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-2198-5112

Vitaliy A. Khomyakov – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Kazakh Research and Design Institute of Construction and Architecture, Almaty, Kazakhstan, khomyakov57@list.ru, https://orcid.org/0000-0003-0384-7170

Ainur K. Kenebayeva - PhD doctoral student, Assistant professor of the Department of Industrial and Civil Engineering, International Educational Corporation, Almaty, Kazakhstan, aynura.kenebaeva.82@mail.ru, https://orcid.org/0009-0002-1409-6720

Zhangazy N. Moldamuratov – PhD, Research Professor at the Faculty of General Construction, International Educational Corporation, Almaty, Kazakhstan, Associate professor at the Higher School of Advanced Digital Technologies, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia, zhanga_m_n@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4573-1179

AUTHORS CONTRIBUTION

Saule Zh. Jumadilova – writing an article; scientific editing of the text; identification of dependencies; conducting the experimental part of the study.

Vitaliy A. Khomyakov – scientific guidance; research concept; development of methodology; scientific text editing; final conclusions.

Ainur K. Kenebayeva – preparation of samples; writing an article; processing of experimental data; accumulation of material.

Zhangazy N. Moldamuratov – conducting a literary review; conducting the experimental part of the study.

The authors declare no conflict of interest.

The article was submitted 15.07.2024; approved after reviewing 09.08.2024; accepted for publication 14.08.2024.

ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

Научная статья
УДК 692.115
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-342-354

CC BY 4.0

Применение геосинтетических материалов для повышения несущей способности грунтовых подушек

Сауле Жакинбековна Джумадилова[1], **Виталий Анатольевич Хомяков**[2], **Айнур Керимкуловна Кенебаева**[1], **Жангазы Нуржанович Молдамуратов**[1, 3*]

[1] Международная образовательная корпорация, Алматы, Казахстан
[2] Казахский научно-исследовательский институт строительства и архитектуры, Алматы, Казахстан
[3] Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

* Автор, ответственный за переписку: e-mail: zhanga_m_n@mail.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. Развитие мегаполисов Казахстана привело к тому, что строительство переместилось на территории, сложенные слабыми, макропористыми грунтами. Строительство на таких грунтах требует проведения комплекса мероприятий по их упрочнению и улучшению механических свойств. **Методы и материалы.** В статье рассматриваются вопросы развития метода поверхностного упрочнения путем замены слабого грунта. Развитие метода связано с применением различных видов геосинтетических материалов. Рассмотрены принципы работы грунтового основания, усиленного различными геосинтетическими материалами. Изучены механические свойства геотекстиля, геосеток и георешеток, используемых для упрочнения грунтов насыпи. Разработана методика испытаний геосинтетических материалов, отличающаяся от традиционной методики по ГОСТ 32491 с постоянной скоростью деформирования. **Результаты и обсуждение.** Испытания геосинтетических материалов в кинематическом режиме показали, что для всех материалов наблюдается снижение прочности при разрыве. Снижение колеблется в диапазоне от 28 до 42% для геосеток разного типа. Относительное удлинение при разрыве уменьшилось для гексагональной и двухосной георешетки на 8,6% и 30% соответственно. Для одноосной георешетки отмечено увеличение относительного удлинения. По геотекстилю прочность при разрыве уменьшилась на 15,7%, а относительное удлинение увеличилось на 26,5%. **Заключение и выводы.** Результаты исследований показали эффективность рекомендуемых методов усиления для повышения несущей способности оснований и возможность их применения в различных регионах Казахстана.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: геосинтетический материал, грунтовая подушка, основание, георешетка, деформация.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Джумадилова С.Ж., Хомяков В.А., Кенебаева А.К., Молдамуратов Ж.Н. Применение геосинтетических материалов для повышения несущей способности грунтовых подушек // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 342–354. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-342-354. – EDN: KBXJDR.

ВВЕДЕНИЕ

Наиболее интенсивно застраиваемые регионы Республики Казахстан характеризуются распространением лессовых макропористых грунтов. Такие грунты встречаются по всей территории Казахстана и формируют горные прилавки и предгорные поверхностные отложения, которые распространяются в глубину от нескольких до десятков метров. По происхождению такие грунты относятся к аллювиальным отложениям средне-четвертичного возраста и представлены супесями или суглинками. Эти отложения относятся к структурно неустойчивым грунтам, особенно в случае активного увлажнения и воздействия сейсмических нагрузок, и распространены на значительную глубину. Эти проблемы особенно актуальны для районов Казахстана. В предгорных районах подземная вода может распространяться как на глубине, так и на поверхности [1–3]. Происходит одновременное увлажнение как глубинных, так и поверхностных слоев грунта. Это приводит к явлениям просадки за счет увеличения удельного веса лессовых

© Джумадилова С.Ж., Хомяков В.А., Кенебаева А.К., Молдамуратов Ж.Н., 2024

отложений и увеличения фактической деформации строящихся зданий и сооружений.

Строительными нормами Казахстана для таких геологических профилей рекомендуется проводить как поверхностные, так и глубинные мероприятия по упрочнению слабых грунтов [4, 5]. Запрещено использование просадочных грунтов в качестве оснований сооружений без специальных мероприятий по их упрочнению и повышению несущей способности.

Исходя из опыта строительства, поверхностное упрочнение рекомендуется выполнять заменой грунта в котлованах глубиной 3–5 метров [6]. При большей глубине замена грунта обычно трудоемка и экономически нецелесообразна.

В данной статье рассмотрены некоторые особенности конструктивного решения метода поверхностного упрочнения в геологических условиях Казахстана.

Анализируя геологическое строение геологических профилей городов Казахстана, можно выделить следующие закономерности. В основном все поверхностные слои имеют просадочные свойства и характеризуются просадочностью I или II типа. Обычно эти отложения с глубины 10 метров и более подстилаются уже непросадочными либо водонасыщенными грунтами. Для повышения несущей способности таких оснований выполняется поверхностное и глубинное упрочнение грунтов. Методы глубинного упрочнения рассматривались ранее другими авторами [7–10]. В данной статье рассмотрим применение методов поверхностного упрочнения для грунтов южного Казахстана.

Обычно методы поверхностного упрочнения в виде грунтовых подушек наиболее применимы для ленточных и столбчатых фундаментов, но, учитывая высокую сейсмичность регионов южного Казахстана, наиболее рекомендуемыми являются фундаменты в виде сплошной плиты или в виде перекрестных лент. Для этих типов также активно применяется технология замещения слабого грунта на более прочный. Однако в отдельных условиях, при наличии грунтовых вод или конструктивных особенностей зданий, высота подушки ограничена. Поэтому требуются мероприятия по повышению несущей способности и жесткости грунтов. В таких условиях применение геосинтетических материалов представляется наиболее эффективным [6, 7].

Использование геосинтетической арматуры позволяет повысить несущую способность, уменьшить осадку, использовать некачественную засыпку или более тонкую замещаемую зону [11]. Ранее было проведено множество исследований, большинство из которых представляли собой лабораторные модельные испытания и численный анализ [12]. Для оснований, армированных геосинтетическим материалом, было проведено несколько испытаний на нагрузку крупных плит и полевых испытаний. Например, исследователи [5–9] сообщили об испытаниях нагружения плит размерами от 0,3×0,3 м до 0,9×0,9 м на песке, армированном георешеткой, а также сообщили о тематическом исследовании, в котором гравийное основание, армированное георешеткой, использовалось для поддержки коробчатой водопропускной трубы шириной 2,8 м. Большинство экспериментальных и численных исследований показывают, что геосинтетическая арматура эффективна для увеличения предельной несущей способности, но менее эффективна для снижения осадки.

Исследователи [10–15] идентифицировали шесть потенциальных видов разрушения геосинтетических оснований, как показано на рис. 1. Разрушение первого слоя, показанное на рис. 1a, происходит, когда расстояние от основания фундамента до самой верхней арматуры слишком велико и/или грунт засыпки слишком слабый. Разрушение межслоевого слоя, как показано на рис. 1b, может развиться, когда расстояние между георешетками слишком велико. Внутри толстого армированного основания с несколькими слоями армирования может развиться общее разрушение, которое включает один или несколько слоев арматуры, как показано на рис. 1c. Приложенное напряжение в основании фундамента распространяется на нижележащий грунт. Когда усиленная зона тонкая, а нижележащий грунт слабый, распределенный фундамент может выйти из строя из-за низкой прочности слабого грунта, как показано на рис. 1d. Когда армированный фундамент тонкий, но широкий, и под ним слабый грунт, фундамент может пробить армированную зону, как показано на рис. 1e. На рис. 1f показано продвижение усиленной зоны в слабый грунт из-за узкой усиленной зоны и наличия нижележащего слабого грунта.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Работа оснований с поверхностным армированием

Когда испытания статической нагрузки на плиты проводятся на неармированном и армированном фундаменте, получаются типичные результаты. На рис. 2 показано, что армирование увеличивает несущую способность и модуль деформации, а также снижает осадку фундамента [14, 15]. Увеличение несущей способности часто выражается коэффициентом несущей способности (BCR) следующим образом:

$$BCR = q_{ult,r} / q_{ult,u}, \quad (1)$$

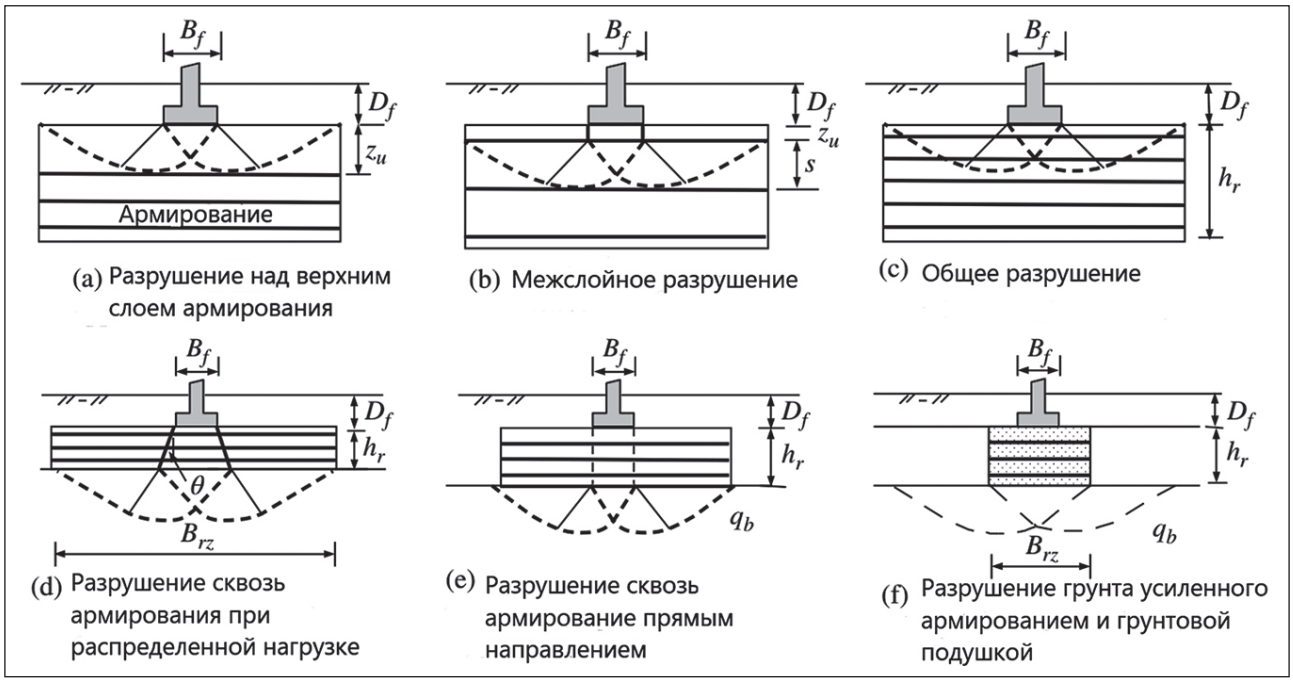


Рис. 1. **Виды разрушения основания, упрочненного георешеткой**

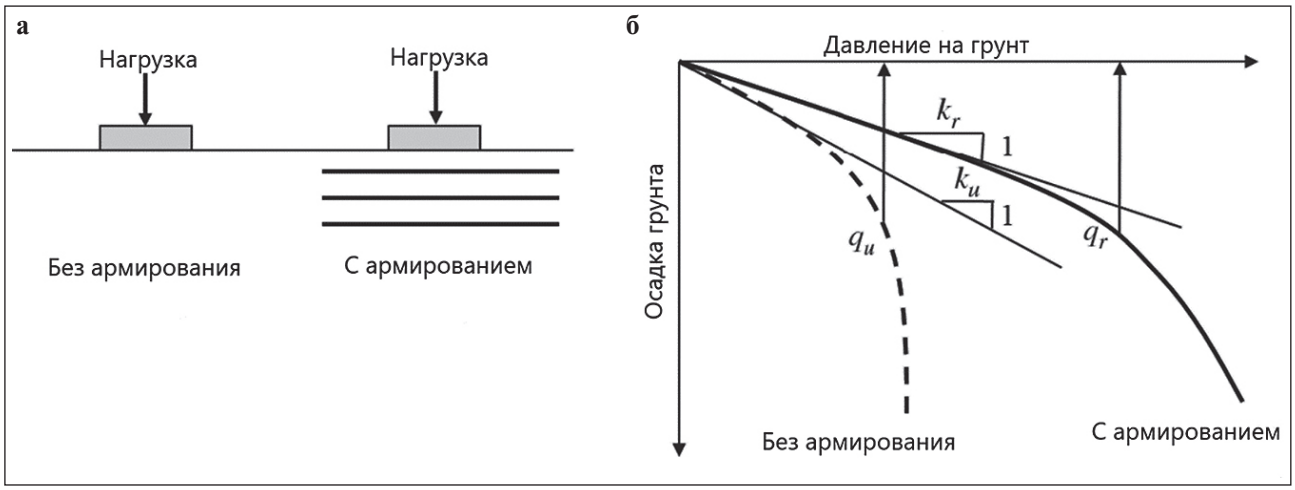


Рис. 2. **Разница между армированным и неармированным грунтом**

где $q_{ult,u}$ – предельная несущая способность неармированного грунта, $q_{ult,r}$ – предельная несущая способность армированного грунта.

$$MIF = k_r / k_u = E_r / E_u, \quad (2)$$

где k_r – модуль реакции земляного полотна армированного фундамента, k_u – модуль реакции земляного полотна неармированного фундамента, E_r – модуль упругости армированного фундамента, E_u – модуль упругости неармированного фундамента.

Когда расстояние между георешетками велико, разрушение может произойти между самой верхней и следующей за ней георешеткой, как показано на рис. 1b. Предельная несущая способность при разрушении промежуточного слоя определяется сопротивлением основания, прочностью на растяжение самой верхней георешетки и боковым сопротивлением контакта грунта и решетки:

$$q_{ult,r} = BCR \cdot q_b + \frac{2C_1 c_a z_u}{B_f} + 2\gamma_r' \left(1 + \frac{2D_f}{z_u}\right) \frac{K_s tan\varphi_r}{B_f} + \frac{2C_1 T_a tan\delta}{B_f} - \gamma_r' z_u, \quad (3)$$

где BCR – коэффициент несущей способности при расположении фундамента на глубине $D_f + z_u$ (принимается в диапазоне от 1,0 до 3,0); q_b – предельная несущая способность неармированного фундамента при глубине подошвы $D_f + z_u$; C_1 – постоянная (2 для квадратного фундамента и 1 для сплошного фундамента); ϕ_r – угол трения армированного заполнения; γ'_r – эффективный удельный вес армированного наполнителя; K_s – коэффициент продавливания, предложенный Мейерхофом и Ханной; T_a – допустимая прочность арматуры на растяжение; c_a – сцепление между перфорирующим клином и армированным заполнителем; δ – угол трения между пробивным клином и армирующим заполнителем.

Из приведенных в формуле параметров наиболее важными являются прочность арматуры на растяжение, сцепление и угол трения между материалом заполнителя и армирующим элементом.

Ранее выполненные исследования [15–18] установили, что прочность на растяжение геосинтетических материалов тесно связана с массой на единицу площади. Геотекстиль с большей массой на единицу площади обычно прочнее легкого геотекстиля. Также для геосинтетиков установлено, что прочность на растяжение зависит от скорости деформации, при которой испытывается образец. При низкой скорости деформации измеренная прочность имеет тенденцию быть ниже и достигается при большем значении деформации разрушения. И наоборот, при высокой скорости деформации измеренная прочность имеет тенденцию быть выше и достигается при меньшей деформации разрушения.

Когда геосинтетик используется для армирования грунтового массива, важно, чтобы связь между грунтом и геосинтетиком была достаточной для предотвращения скольжения грунта по геосинтетику или вытягивания геосинтетика из грунта при мобилизации растягивающей нагрузки в геосинтетике. Связь между геосинтетиком и грунтом зависит от взаимодействия их контактных поверхностей [16–20]. Таким образом, взаимодействие грунт-геосинтетик через трение на границе раздела и/или характеристики блокировки является ключевым элементом в характеристиках армированных грунтовых массивов. Особенно это важно для таких сооружений, как подпорные стены, откосы, основания фундаментов и насыпи, а также в других областях, где для обеспечения устойчивости грунтового материала важно взаимодействие между грунтом и геосинтетиком, чтобы обеспечить требуемое скольжение или отрыв в полевых условиях. Взаимодействие в основном отвечает за передачу напряжений от грунта к геосинтетику. Во всех случаях свойства взаимодействия используются для определения длины связи геосинтетического материала, необходимой за пределами критической зоны. Можно выделить два типа испытаний, которые в настоящее время используются для оценки взаимодействия грунта и геосинтетика. К ним относятся испытание на прямой сдвиг с использованием сдвигового ящика и испытание на отрыв/закрепление [14–19].

Основной принцип этих испытаний заключается в том, что для перемещения твердого объекта весом W по горизонтальной плоскости требуется приложение горизонтальной силы μW, где μ – коэффициент трения между материалом объекта и материалом плиты [18–24].

При испытании на прямой сдвиг сопротивление сдвигу между геосинтетиком и грунтом определяется путем помещения геосинтетика и грунта в коробку прямого сдвига, разделенную на верхнюю и нижнюю половины (рис. 3а). Геосинтетический образец закрепляется вдоль края коробки, где действует сила сдвига. К коробке приложена постоянная нормальная сила, представляющая расчетные напряжения. Удерживая нижнюю половину коробки неподвижной, верхняя половина подвергается действию силы сдвига по ступенчатой схеме нагружения или с постоянной скоростью деформации. Сила сдвига записывается как функция горизонтального смещения верхней половины коробки сдвига. Испытание проводится как минимум при трех различных

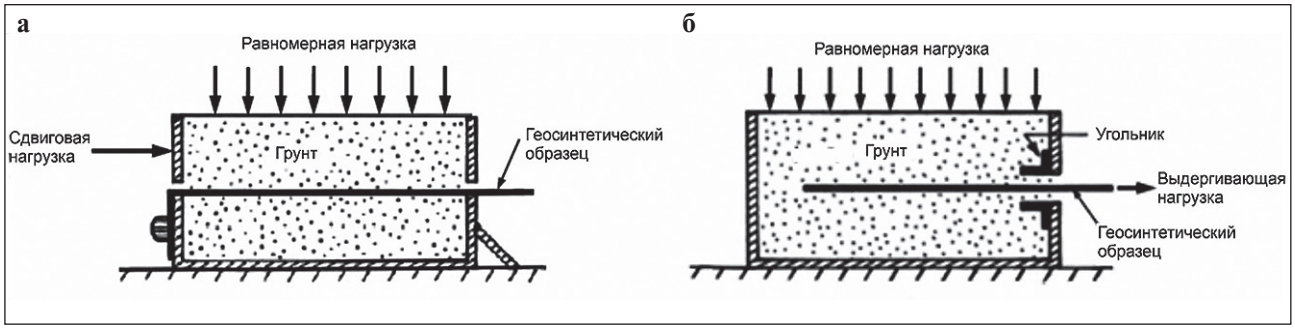


Рис. 3. **Схема проведения испытания на взаимодействие грунт и геосинтетик:** а – испытания на прямой сдвиг, б – испытание на выдергивание

нормальных сжимающих напряжениях, выбранных для моделирования соответствующих полевых условий. Предельные значения касательных напряжений, обычно пиковых и остаточных касательных напряжений, наносятся на график относительно соответствующих им значений приложенных нормальных напряжений. Схема установки и результаты испытаний по данной схеме приведены ниже. Испытания по схеме б на рис. 3 в данной работе пока не обсуждаются.

Лабораторное исследование свойств геосинтетических материалов

Для изучения физико-механических свойств были выбраны следующие типы материалов: геосетка гексагональная ТХ-170, геосетка полипропиленовая СД-40, геосетка одноосная полипропиленовая СО-90 и геотекстиль нетканый ПП 250 (рис. 5а, б, в, г).

В данном исследовании основными параметрами, подлежащими изучению, являются предел прочности при растяжении и относительное удлинение при разрыве. Эти параметры изучаются путем проведения испытания на растяжение, при котором к образцу прикладывается усилие растяжения и строится кривая зависимости усилия растяжения от удлинения.

Прочность на растяжение обычно определяется испытанием на растяжение широкой полосы, которое проводится на геосинтетической полосе шириной 200 мм с расчетной длиной 100 мм (ASTM, 2011b). Геосинтетический образец шириной 200 мм по всей ширине захватывается зажимами разрывной машины для испытания прочности на растяжение и растягивается в одном направлении с заданной постоянной скоростью до тех пор, пока образец не разорвется. В процессе растяжения измеряются как нагрузка, так и деформации. Однако эта методика не совсем точно моделирует работу геосинтетических материалов в грунтовой среде. В основании конструкции грунт нагружается ступенями, и, соответственно, геосинтетический материал также нагружается ступенчато. Поэтому в дополнение к испытаниям на разрывной машине, где усилие прикладывается с постоянной скоростью, были проведены испытания со ступенчатым приложением растягивающей нагрузки до разрушения, а также испытания длительно действующей постоянной нагрузки для определения порога пластического течения материала.

Для проведения этих испытаний использовались установки в виде силовых рам, представленные на рис. 4.

Установки позволяют проводить испытания при ступенчатом и длительном загружении образцов. Для удержания опытных образцов использовался тисковый зажим, выполненный в соответствии с ГОСТ 32491–2013.

Каждая силовая установка имеет верхний и нижний тисковые зажимы. Верхний зажим шарнирно закреплен к перекладине силовой рамы, в то время как нижний зажим также шарнирно соединен с верхним рамным швеллером упорной рамы. При помощи упорной рамы и домкрата растягивающее усилие передается на испытуемый образец (рис. 4). Деформации подвижного зажима измеряются с помощью электронного прогибомера ПСК МГ-4, а величина усилия замеряется динамометром ДМС 10 кН.

Для выявления характеристик и поведения геосинтетических материалов под воздействием продолжительного времени использовалась другая установка. Отличие этой установки заключается в том, что усилие растяжения прикладывается с помощью коромысла, опертого на опорный швеллер. Переда-

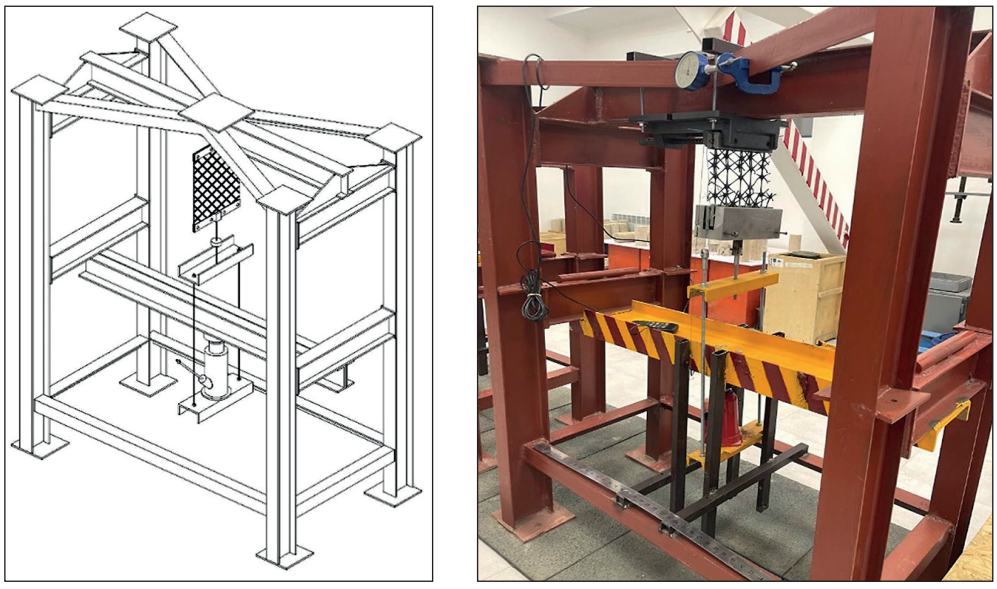


Рис. 4. **Установка для испытаний геосинтетических материалов**

точное число коромысла составляет 1:10, а нагрузка на коромысло создается образцовыми гирями весом 1,0–3,0 кг. Такое конструктивное решение позволяет поддерживать заданную постоянную нагрузку в течение длительного времени. Для измерения перемещения движущейся части зажима используются электронные прогибомеры ПСК МГ-4 с ценой деления 0,01 мм. Применяются два прогибомера, расположенные с двух сторон образца, для определения средней деформации. Для измерения осевого усилия от силового домкрата используется электронный динамометр ДМС 10 кН.

Поскольку работа геосинтетического материала предполагается в составе грунта, совместно с грунтом основания зданий и сооружений, в дополнение к общепринятой методике, по ГОСТ 32491-2013 использовались особенности методики исследования свойств грунтов по ГОСТ 12248.1-2020. В частности, использованы рекомендации в части выдержки величин ступеней нагружения и времени условной стабилизации деформаций при испытаниях гравелистых и песчаных грунтов.

Прочность на растяжение определяется испытанием на растяжение широкой полосы шириной 200 мм с расчетной длиной не менее 100 мм. Испытуемый образец шириной 200 мм по всей ширине захватывается стандартными зажимами для испытания прочности на растяжение и растягивается в вертикальном направлении. Нагрузка на образец прикладывается ступенями по 15 кН и выдерживается от 0,5 до 1,0 часа до стабилизации деформаций. За критерий условной стабилизации деформации принимается скорость осадки штампа, не превышающая 0,1 мм за указанное время. В процессе растяжения нагрузка измеряется динамометром. Увеличение истинной расчетной длины образца при любой заданной нагрузке измеряется с помощью электронных прогибомеров марки ПСК-МГ4 (рис. 5).

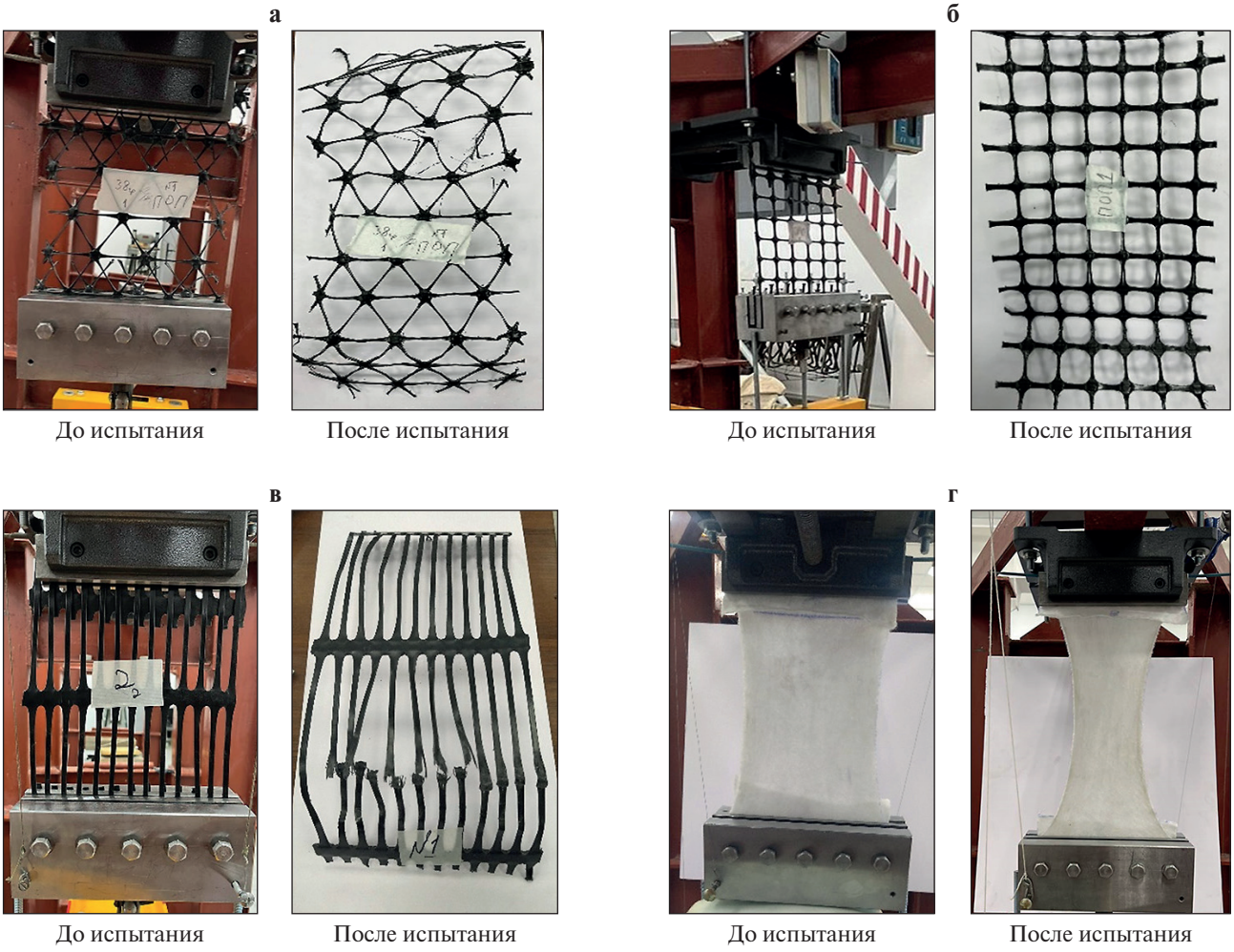


Рис. 5. **Виды материалов до и после испытания:** а – вид геосетки гексагональной ТХ-170; б – вид геосетки полипропиленовой СД-40; в – геосетка одноосная СО-90 полипропиленовая; г – геосетка одноосная СО-90 полипропиленовая

Ширина образца сохраняется больше, чем его длина, так как некоторые геосинтетики имеют тенденцию сжиматься под нагрузкой в области расчетной длины. Большая ширина снижает усадочный эффект таких геосинтетических материалов и, приближаясь к условиям плоской деформации, более точно имитирует деформацию, которую испытывает геосинтетический материал при внедрении в почву в полевых условиях.

Подготовка и загрузка образцов при проведении длительных испытаний схожа с испытаниями на разрыв. При проведении длительных испытаний для передачи нагрузки на образцы использовались эталонные гири весом по 3 кг через коромысло с передаточным числом 1:10. Нагрузка прикладывалась ступенями по 0,1 от предельной нагрузки на растяжение по паспортным данным геосинтетического материала. За критерий условной стабилизации деформации принималась скорость деформации образца, не превышающая 0,1 мм за время от 0,5 до 1,0 часа. Однако для некоторых материалов, например, геотекстилей, испытания продолжались несколько дней (рис. 5).

Подготовка образцов выполнялась в соответствии с рекомендациями ГОСТ 32491-2013. Для испытания подготавливались образцы номинальной ширины 200 мм (исключая бахрому) и достаточной длины, чтобы расстояние между зажимами составляло не менее 100 мм; при этом длина образца при измерении должна находиться параллельно направлению приложения растягивающего усилия (рис. 5).

Образец для испытания должен содержать по крайней мере один ряд узлов или поперечных элементов, исключая узлы поперечных элементов, зафиксированных в зажимах. Для материалов с шагом менее 75 мм образец должен содержать не менее четырех полных растягиваемых элементов (ребер) в направлении ширины. Материалы с шагом более 75 мм, но менее 120 мм, должны содержать не менее двух полных растягиваемых элементов в направлении ширины. Для материалов с шагом более 120 мм испытанию допускается подвергать одиночные ребра (рис. 5).

Прочность при растяжении T_{max}, кН/м, рассчитывают непосредственно по данным испытательной разрывной машины по формуле:

$$T_{max} = F_{max} * c, \quad (4)$$

где F_{max} – зарегистрированная максимальная сила, кН; c – величина, выведенная из формулы (4) или (5), соответственно.

Для нетканого, тканого и нитепрошивного геотекстиля, а также геосинтетических глиняных барьеров (бентонитовых матов):

$$c = 1 / B, \quad (5)$$

где B – это номинальная ширина образца, м.

Для георешеток или аналогичных геосинтетических материалов с открытой структурой

$$c = N_m / n_s, \quad (6)$$

где N_m – среднее число растягиваемых элементов на ширине 1 м испытуемого образца для испытания, n_s - число растягиваемых элементов в пределах испытуемого образца для испытания.

Деформация (удлинение) в процентах при максимальной нагрузке должна регистрироваться и указываться в протоколе испытания с точностью до 0,1%. Деформация (удлинение) при максимальной нагрузке определяется как зарегистрированное увеличение длины образца для испытания (в миллиметрах) от уровня предварительного натяжения до максимальной нагрузки, умноженное на 100 и деленное на истинную расчетную длину (в миллиметрах).

Истинная расчетная длина определяется как номинальная расчетная длина плюс удлинение от начала испытания до уровня предварительного натяжения.

Испытания свойств на границе грунт-геосинтетика

Для проведения испытаний использована схема (рис. 3а), по принципу испытания на прямой сдвиг. Конструктивная схема прибора показана на рис. 6. Конструкция срезного прибора обеспечивает первоначальное вертикальное давление на образец (от веса штампа и измерительных приборов на нем) не более 0,025 МПа.

Испытание на прямой сдвиг может проводиться для изучения характеристик трения по поверхности раздела геосинтетик-геосинтетик путем размещения геосинтетического образца между нижней и верхней половинами обоймы сдвигового прибора.

В сдвиговом приборе проведены две серии испытаний гравийного грунта. Первая серия была проведена для определения параметров прочности только гравийного грунта в соответствии с ГОСТ 12248.1-2020. Во второй серии в плоскость среза сдвигового прибора укладывалась георешетка. Для проведения экспериментов с геосинтетическими решетками использован модифицированный вариант прибора одноплоскостного среза, общий вид которого показан на рис. 7. Прибор оснащен специальным устройством для фиксации геосинтетического материала.

Работа прибора организована в силовом режиме загружения (режим управляемых деформаций) с возможностью контроля как касательных напряжений,

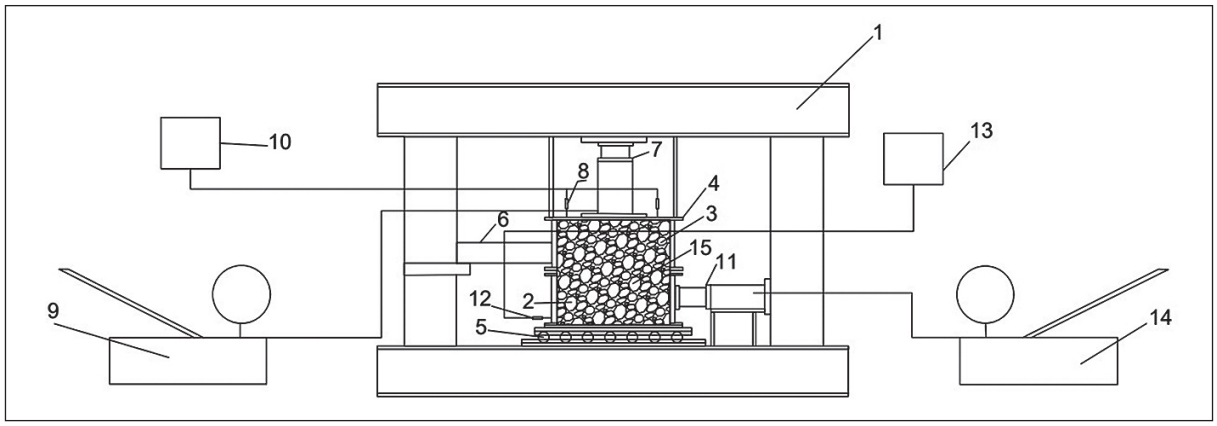


Рис. 6. **Общая схема сдвигового прибора с диаметром образца 41см:** 1 – силовая рама; 2 – подвижная обойма; 3 – неподвижная обойма; 4 – верхний штамп; 5 – шарики по полозьям; 6 – упор; 7 – вертикальный домкрат; 8 – датчики перемещений; 9 – ручная насосная станция для вертикального домкрата; 10 – блок для измерения вертикальных перемещений; 11 – домкрат для горизонтального перемещения; 12 – прогибомер; 13 – блок для измерения горизонтальных перемещений; 14 – ручная насосная станция для горизонтального домкрата; 15 – образец грунта

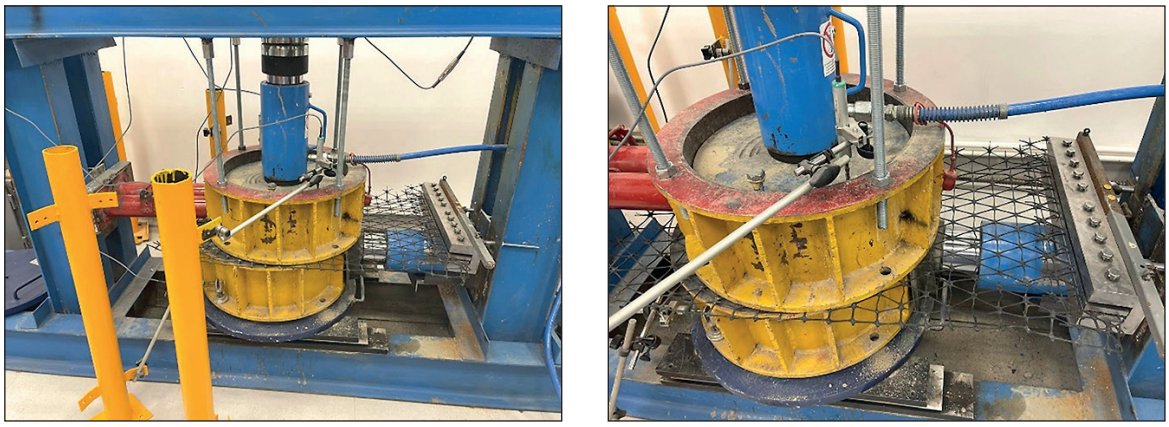


Рис. 7. **Вид модифицированного сдвигового прибора для испытаний с геосинтетиками**

так и деформаций сдвига в любой момент времени. Движение нижней подвижной обоймы прибора создается с помощью гидравлического домкрата.

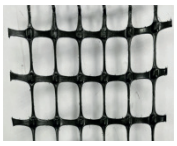
Для проведения испытания обоймы прибора заполняются послойно гравийным грунтом, уплотняя его через каждые 5–7 см. Грунт заполняет цилиндр до тех пор, пока его поверхность не окажется на 5 см ниже уровня верхней обоймы. Затем устанавливаются штамп, домкраты и датчики для измерения вертикальных и горизонтальных деформаций. Испытания на сдвиг проводятся не менее трех раз при сжимающих нормальных напряжениях, моделирующих работу системы в полевых условиях.

Вышеописанная конструкция системы вертикальной загрузки обеспечивает равномерность передачи нормальных давлений на образец грунта, что способствует однородности деформированного состояния грунта в плоскости среза.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ полученных результатов показывает, что испытания по схеме ступенчатого нагружения с выдержкой для стабилизации определенного уровня и сравнение результатов с паспортными данными, полученными по ГОСТ 32491, выявили следующие результаты (табл. 1). Для всех материалов наблюдается снижение прочности при разрыве, которое колеблется в диапазоне от 28 до 42% для геосеток разных типов. Относительное удлинение при разрыве уменьшилось для гексагональной и двухосной георешетки на 8,6 и 30% соответственно. Для одноосной георешетки относительное удлинение увеличилось на 45%. Для геотекстиля также условия проведения испытаний оказали влияние на его механические свойства. Прочность при разрыве уменьшилась на 15,7%, тогда как относительное удлинение увеличилось на 26,5% (рис. 8).

Таблица 1
Результаты испытаний геосинтетических материалов

№	Вид материала	Плотность материала г/м²	Максимальная нагрузка при растяжении F_{max}, кН	Данные по результатам испытаний		Паспортные данные материалов	
				Прочность при разрыве, T_{max}, кН/м	Относительное удлинение при разрыве не менее, %	Прочность при разрыве, кН/м	Относительное удлинение при разрыве не менее, %
Геосетка гексагональная ТХ-170							
1		290	3,16	14,7	13,7	21	15
Геосетка полипропиленовая СД-40 «Геомакс»							
2		530	5,73	28,65	7,3	40	10,5
Геосетка одноосная СО-90 полипропиленовая							
3		690	11,15	51,5	14,5	90	10
Геотекстиль нетканый ПП, 250							
4		250	0,70	7,0	25,3	8,3	20

Полученные отличия в свойствах материалов можно объяснить их особыми характеристиками как полимерных материалов, которые по-разному проявляются при нагружении с постоянной скоростью деформации и при ступенчатом загружении с контролем стабилизации деформаций. Вязкоупругое поведение геосинтетических материалов может приводить к вводящим в заблуждение результатам как при длительных, так и при быстрых испытаниях на растяжение. Испытания, проводимые для получения расчетных параметров, должны также учитывать долгосрочные условия и влияние окружающего грунта. Обнаружено, что геосинтетическое удержание в грунте в полевых условиях и связанное с этим сцепление частиц грунта с геосинтетической структурой оказывают значительное влияние на напряженно-деформированные свойства.

Испытания на сдвиг проведены с гравийным грунтом с максимальным размером частиц не более 30 мм и содержанием крупных фракций не более 30%. Испытания выполнены при постоянных вертикальных нагрузках 0,1 МПа, 0,2 МПа и 0,3 МПа. Основные результаты представлены на рис. 9.

Видно, что сопротивление сдвигу характеризуется как пиковыми, так и остаточными значениями. Пиковые значения прочности для гравийного материала составляют удельное сцепление C = 0,258 МПа и угол внутреннего трения φ = 62°. Остаточная прочность зафиксирована недостаточно четко, поэтому пока не обсуждается. В испытаниях с георешеткой в плоскости сдвига пиковые значения показывают удельное сцепление C = 0,16 МПа и угол внутреннего трения φ = 49,4°.

Процесс сопротивления сдвигу включает перемещение и перекатку частиц грунта на границе решетки. Активность участия частиц в сдвиге свидетельствует о наличии следов локальных порывов георешетки. При нормальном напряжении 100 кПа

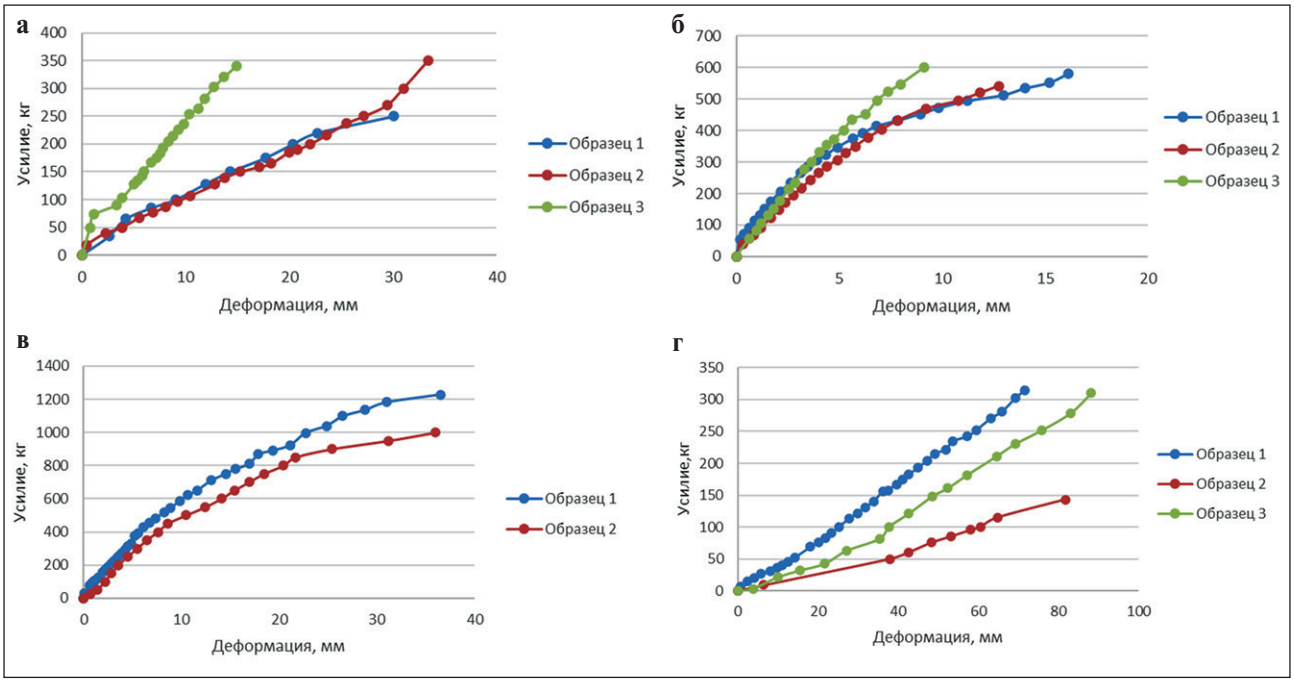


Рис. 8. **Диаграммы растяжения образцов:** а – геосетка гексагональная ТХ-170; б – геосетка полипропиленовая СД-40; в – геосетка одноосная СО-90; г – «Геотекстиль нетканый»

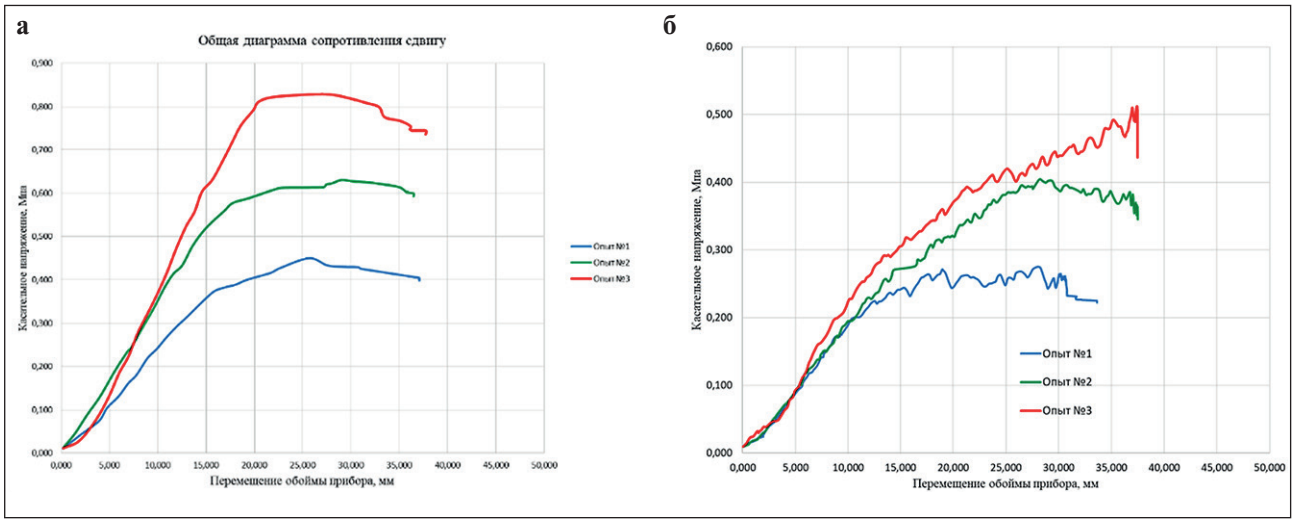


Рис. 9. **Результаты испытаний в сдвиговом приборе:** а – сопротивление сдвигу гравийного грунта (сцепление C = 0,2583МПа, угол внутреннего трения φ = 62°); б – сопротивление сдвигу с георешеткой в плоскости среза (сцепление C = 0,16МПа, угол внутреннего трения φ = 49,4°)

следы порывов почти не видны (рис. 10 а). При нормальных напряжениях 200 и 300 кПа следов порывов становится больше по мере роста напряжений и деформаций (рис. 10 б, в). Таким образом, следует констатировать, что процесс сопротивления сдвигу на границе геосинтетика и грунта следует рассматривать как сложный сдвиговой процесс, зависящий от типа геосинтетика и гранулометрических свойств грунтового материала.

Ранее исследования [25–29] показали, что угол внутреннего трения составляет φ = 43°, 38°, 36°, 35°, 41° соответственно для песчано-песчаного, песчано-иглопробивного нетканого геотекстиля, песчано-термоскрепленного нетканого геотекстиля, песчано-облегченного тканого геотекстиля и песчано-георешетки (по расчету по BS EN ISO 13738 (BSI, 2004a)). Наши исследования показали, что угол трения для гравийного грунта с георешеткой составляет 49,5°.

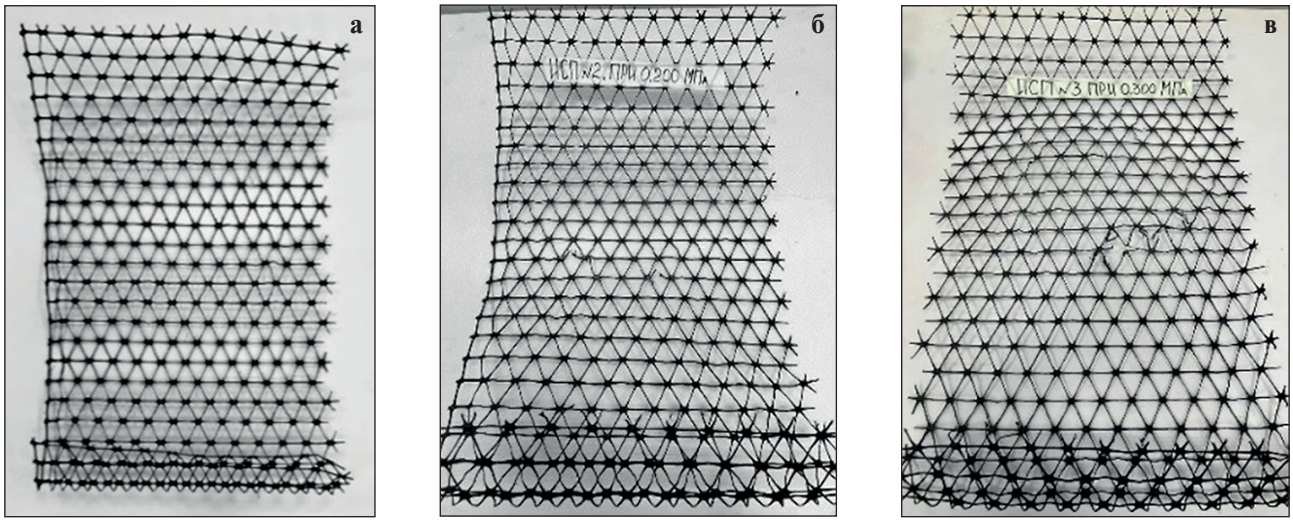


Рис. 10. **Вид гексагональной решетки после испытания на сдвиг:** а – при напряжении 100кПа; б – при напряжении 200кПа; в – при напряжении 300кПа

Эта величина вписывается в общую закономерность приведенных выше данных. Обычно [14] угол трения для грунт-геотекстиль принимается между (2/3)φ и φ, где φ – угол сопротивления грунта сдвигу. Нами для гравийного грунта угол внутреннего трения получен как φ = 62°. Поэтому соотношение угла трения для грунт-геотекстиль составило 3/4 φ. Мы считаем, что данный результат объясняется большой фракцией гравийного грунта и размерами ячеек георешетки.

Как отмечено другими исследователями [1, 2, 4, 5, 8, 12], прямое испытание на сдвиг не подходит для определения точных соотношений между напряжением и деформациями из-за неравномерного распределения силы сдвига и смещения в пределах камеры сдвигового прибора. Общее сопротивление может быть комбинацией скольжения, качения, сцепления частиц грунта и геосинтетических поверхностей, а также напряжения сдвига внутри геосинтетического образца. Сопротивление сдвигу может варьироваться на разных сторонах геосинтетического материала и меняться в зависимости от направления сдвига относительно ориентации геосинтетического материала.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В заключение можно сделать следующие выводы:

Большая часть интенсивно застраиваемой территории южного Казахстана расположена на грунтах со специфическими свойствами. К ним относятся просадочные, лессовые, набухающие и переувлажненные слабые грунты. Из строительной практики известно, что при строительстве зданий в таких условиях требуются мероприятия по упрочнению грунтов оснований.

Упрочнение поверхностных слоев грунта с использованием метода замены на более прочный материал является наиболее распространенным и технологичным. Однако метод имеет ограничения по глубине подушки (для Казахстана рекомендуется 5–6 метров) и виду применяемого для замены материала. В Казахстане обычно в качестве вновь уплотняемого грунта используют местный глинистый грунт, для улучшения физико-механических свойств которого применяют различные методы. Одним из таких методов является упрочнение с использованием геосинтетических материалов. При этом образуется композитный массив с физико-механическими свойствами, которые определяются свойствами грунта и геосинтетического материала.

Испытания геосинтетических материалов в кинематическом режиме показали, что для всех материалов наблюдается снижение прочности при разрыве. Снижение колеблется в диапазоне от 28 до 42% для геосеток разного типа. Относительное удлинение при разрыве уменьшилось для гексагональной и двухосной георешетки на 8,6 и 30% соответственно. Для одноосной георешетки отмечено увеличение относительного удлинения. По геотекстилю прочность при разрыве уменьшилась на 15,7%, а относительное удлинение увеличилось на 26,5%. Полученные данные, скорее всего, отражают длительную прочность материалов.

Испытания на модифицированном сдвиговом приборе, проведенные на примере гравийного грунта, показали, что эффективность повышения механических свойств грунтовых подушек, упрочненных геосинтетическими материалами, зависит от точности определения свойств на границе геосинтетик-грунт.

Данные, представленные в статье, получены только для статических условий применения армированных грунтовых подушек. Влияние сейсмического воздействия на упрочненное основание может выявить факторы, которые внесут коррективы в работоспособность армоцементных колонн, а также в работоспособность упрочненных грунтовых массивов в целом. Эти факторы подлежат изучению в наших последующих исследованиях и будут использованы в рекомендациях для реальных проектов.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Sitek W., Kozłowski F., Kiersnowska A., & Dohojda M. The application of hexagonal geogrid as a reinforcement element of the base of a road embankment. *Acta Scientiarum Polonorum. Architectura*. 2023; 22: 102–109. https://doi.org/10.22630/aspa.2023.22.11

2. Dhanya K. A., Vibha S., & Divya P. V. Coupled Flow-Deformation Analysis of MSE Wall Reinforced with Hybrid Geogrids. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(4). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00466-7

3. Razeghi H.R. & Ensani A. Clayey Sand Soil Interactions with Geogrids and Geotextiles Using Large-Scale Direct Shear Tests // *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(2). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00443-0

4. Abdi M.R., Tabarsa A. & Haghgouy P. Evaluation of Soil–Geometrically Modified Geogrid Interaction in Direct Shear Mode. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(5). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00479-2

5. Shi D., Niu J., Zhang J., Chao Z. & Fowmes G. Effects of particle breakage on the mechanical characteristics of geogrid-reinforced granular soils under triaxial shear: A DEM investigation. *Geomechanics for Energy and the Environment*. 2023; 34. https://doi.org/10.1016/j.gete.2023.100446

6. Lukpanov R., Dyussembinov D., Zhantlesova Z. & Yenkebayeva A. Evaluation of tensile strength characteristics of geosynthetic materials designed to ensure embankment stability. *Technobius*. 2023; 3(2): 0036. https://doi.org/10.54355/tbus/3.2.2023.0036

7. Mohammed S.A., Naimi S. & AbdulKareem A.H. The effect of geogrid reinforcement of embankment over soft foundation. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*. 2022; 10(6): 5–27. https://doi.org/10.21533/pen.v10i6.3345

8. Jin J., Liang X., Yang G. & Zhou Y. Test Studies on Geogrid–Soil Interface Behavior under Static and Dynamic Loads. *Sustainability (Switzerland)*. 2022; 14(7). https://doi.org/10.3390/su14074299

9. Gao Y.X., Zhu H.H., Ni Y.F., Wei C. & Shi B. Experimental study on uplift behavior of shallow anchor plates in geogrid-reinforced soil. *Geotextiles and Geomembranes*. 2022; 50(5): 994–1003. https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2022.06.006

10. Jayanandan M. & Viswanadham B.V.S. Evaluation of the Behavior of Geogrid-Reinforced Soil Walls Subjected to Rainfall Through Centrifuge Model Tests. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2022; 9(6). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00487-2

11. Lu L., Chen B., Wang Z., Wang S. & Arai K. Study on seismic stability and performance of reconstruction embankment using geogrid reinforced soil technology. *Transportation Geotechnics. Elsevier Ltd*. 2024; https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2023.101148

12. Eissa A., Alfaro M., Bartz J.R., Bassuoni M.T. & Bhat S. Soil-Reinforcement Interaction of a Geogrid–Geotextile Composite. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*. 2023; 9(6). https://doi.org/10.1007/s40891-023-00506-2

13. Kumar S. & Singh S.K. Subgrade soil stabilization using geosynthetics: A critical review. *Materials Today: Proceedings*. 2023; https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.04.266

14. Cui K., Zhang D., Li Q., Yang S. & Zhang H. Experimental investigation on the accumulated strain of coarse-grained soil reinforced by geogrid under high-cycle cyclic loading. *Geotextiles and Geomembranes*. 2023; 51(1): 233–244. https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2022.11.001

15. Liu W., Li H., Yang Y., Xu P., Dai Z., Yang G. & Wang Z. Study on Improvement Characteristics of a Novel Geotextile with Stitched Transverse Ribs. *Applied Sciences (Switzerland)*. 2023; 13(3). https://doi.org/10.3390/app13031536

16. Gao J., Liu L., Zhang Y. & Xie X. Deformation mechanism and soil evolution analysis based on different types geogrid reinforced foundation. *Construction and Building Materials*. 2022; 331. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127322

17. Derksen J., Fuentes R. & Ziegler M. Geogrid-soil interaction: Experimental analysis of factors influencing load transfer. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers: Geotechnical Engineering*. 2022; https://doi.org/10.1680/jgein.21.00110

18. Wang G., Zhang X., Liu X., Chang Z. & Liu Z. Large-scale Field Tests of the Performance of Geogrid-reinforced Piled Embankment over Soft Soil. *KSCE Journal of Civil Engineering*. 2024; 28(2): 655–672. https://doi.org/10.1007/s12205-023-0837-y

19. Bekbasarov I., Nikitenko M., Shanshabayev N., Atenov Y. & Moldamuratov Z. Tapered-prismatic pile: driving energy consumption and bearing capacity. *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Series of Geology and Technical Sciences*. 2021; 6(450): 53–63. https://doi.org/10.32014/2021.2518-170X.119

20. Khomyakov V.A., Gumenyuk V.V. & Dursynov S.B. Restoring the serviceability of buildings in areas where loess macroporous foundations are widespread. *Industrial and Civil Construction*. 2022; 8: 48-56.
21. Khomyakov V.A., Shalkaev B. & Emenov Yu.M. Application of various methods of soil strengthening for stabilization of slopes in seismic areas. *Scientific and practical magazine for designers and builders*. 2020; 1: 11-14.
22. Das K., Chattaraj S. & Bandyopadhyay K. Review on the Application of Geosynthetic for Ground Improvement. *Lecture Notes in Civil Engineering*. 2023; 298. https://doi.org/10.1007/978-981-19-6774-0_8
23. Suleimenov Z.T., Sagyndykov A.A., Moldamuratov Z.N., Bayaliyeva G.M., & Alimbayeva Z.B. High-strength wall ceramics based on phosphorus slag and bentonite clay. *Nanotechnologies in Construction*. 2022; 14(1): 11–17. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-1-11-17
24. Shukla S.K. An Introduction to Geosynthetic Engineering. *In An Introduction to Geosynthetic Engineering*. 2016. https://doi.org/10.1201/b21582
25. Korobova O. & Loshchev V. Technology for Strengthening Earth Mound's Foundations, Reinforced with Geosynthetic Materials. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020; 953(1). https://doi.org/10.1088/1757-899X/953/1/012063
26. Thamer L. & Shaia H. The Effect of Geotextile Layers and Configuration on Soil Bearing Capacity. *Mathematical Modelling of Engineering Problems*. 2021; 8(6). https://doi.org/10.18280/mmep.080608
27. Khomyakov V.A., Gumenyuk V.V. & Dursynov S.B. Comparison of the results of calculation of the bases of high-rise buildings PC Midas and PC Plaxis. *Bulletin of Kazakh Leading Academy of Architecture and Construction*. 2022; 84(2): 328–338. https://doi.org/10.51488/1680-080x/2022.2-36
28. Lavrov A.S., Khomyakov A.P. & Nikulin V.A. Methodic for simulation of mixing the processes with large content of the solid phase. *Central Scientific Library of the Urals Branch of the Russian Academy of Sciences*. 2018; 151–162. https://doi.org/10.32460/ishmu-2018-6-0018
29. Jakiyayev B.D., Moldamuratov Z.N., Bayaliyeva G.M., Ussenbayev B. U. & Yeskermessov Z.E. Study of local erosion and development of effective structures of transverse bank protection structures. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*. 2021; 9(3): 457–473. https://doi.org/10.21533/pen.v9i3.2191

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Джумадилова Сауле Жакинбековна – PhD докторант, ассистент-профессор кафедры «Промышленное и гражданское строительство», Международная образовательная корпорация, Алматы, Казахстан, saule_dzhumadilo@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-2198-5112

Хомяков Виталий Анатольевич – доктор технических наук, профессор, Казахский научно-исследовательский институт строительства и архитектуры, Алматы, Казахстан, khomyakov57@list.ru, https://orcid.org/0000-0003-0384-7170

Кенебаева Айнур Керимкуловна – PhD докторант, ассистент-профессор кафедры «Промышленное и гражданское строительство», Международная образовательная корпорация, Алматы, Казахстан, aynura.kenebaeva.82@mail.ru, https://orcid.org/0009-0002-1409-6720

Молдамуратов Жангазы Нуржанович – PhD, профессор-исследователь факультета общего строительства, Международная образовательная корпорация, Алматы, Казахстан, доцент высшей школы передовых цифровых технологий Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия, zhanga_m_n@mail.ru, https://orcid.org/0000-0002-4573-1179

ВКЛАД АВТОРОВ

Джумадилова С.Ж. – написание статьи; научное редактирование текста; выявление зависимостей; проведение экспериментальной части исследования.

Хомяков В.А. – научное руководство; концепция исследования; развитие методологии; научное редактирование текста; итоговые выводы.

Кенебаева А.К. – подготовка образцов; написание статьи; обработка экспериментальных данных; накопление материала.

Молдамуратов Ж.Н. – проведение литературного обзора; проведение экспериментальной части исследования.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 15.07.2024; одобрена после рецензирования 09.08.2024; принята к публикации 14.08.2024.

WUHAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

Wuhan University of Technology (WUT), is a state key university directly affiliated to the Ministry of Education of the People's Republic of China. WUT is among the first batch of universities which have entered the national "211 Project" and China's "Double-First Class" Initiative. WUT is jointly developed by the Ministry of Education and the Ministry of Transport. As the university directly affiliated to the Ministry of Education which cultivates the largest number of talents in three major industrial sectors, namely, building and construction materials, transportation, and automobile industries, WUT becomes an important base for the cultivation of high-level scientific talents and technological innovation for the three industrial sectors.

WUT has three campuses, including Mafangshan campus, Yujiatou campus and the South Lake campus, with a total land area of 2.67 million square meters and a total gross floor area of 1.95 million square meters. Currently, WUT has over 50,000 faculty and students, 24 academic schools, 4 National Technology Innovation Bases and 4 modern libraries with a collection of 3.61 million books. Since 2000, WUT has been awarded over 20 national science and technology prizes, ranking in the forefront of all Chinese colleges and universities. In 2019, WUT was listed in Times Higher Education World University Rankings, U.S. News Best Global Universities Rankings, Shanghai Jiao Tong University's Academic Ranking of World Universities and QS Asia University Rankings.

Since the founding of New China, WUT has cultivated more than 600,000 senior professionals. In the past decade, the first-time employment rate of graduates has

remained above 95%, and about 55% of total employment join world's top 500 enterprises and fields of strategic emerging industries.

Over the years, WUT has formed educational ideology system with distinctive characteristics, with the lofty ideal of "Building an excellent university to win worldwide recognition and admiration", the spirit of "Sound in morality, broad in learning and pursuing excellence", the principle of "Taking students' cultivation as our essence, and taking academic development as our priority", and the educational concept of "Implementing excellent education, nurturing excellent talents and creating an excellent life". Guided by the WUT Charter approved by the Ministry of Education, WUT is committed to the modernization of the governance system and capability, aiming to rank among the world-class universities with distinctive features.

MSE Discipline of Wuhan University of Technology

Founded in 1958, the Materials Science & Engineering (MSE) discipline of Wuhan University of Technology (WUT) was supported in priority through the "State 211 Project for Higher Education Universities" from 1995 to 2015, and has been supported via the "World-Class University & World-Class Discipline" development plan of China since 2016. WUT's MSE ranks A+ among 172 leading universities in China (No.1 alongside MSEs of Tsinghua University and Beihang University) in the 4th round national discipline evaluation organized by the Ministry of Education in 2017, and is world top 1‰ in Clarivate Analytics' Essential Science Indicators.

WUT's MSE owns 1 member of Chinese Academy of Sciences, 3 members of Chinese Academy of Engineering, 3 members of Academia Europaea, 1 member of the Royal Academy of Belgium, 1 member of the World Academy of Ceramics, 1 fellow of the Australian Academy of Technology and Engineering, 10 fellows of the Royal Society of Chemistry, American Physics Society and American Ceramic Society. It also owns 23 national high-level talents including recipients of the National Natural Science Foundation of China for Distinguished Young Scholars (equal of NSF Career Awards), and 22 national high-level young talents.

WUT's MSE has established 2 state key laboratories, the State Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing and the State Key Laboratory of Silicate Materials for Architectures. The State Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing was evaluated "Excellence" among 21 state key laboratories in MSE in 2018. It also has built 2 state international joint-research laboratories, and 4 bases of foreign outstanding expertise-introduction for discipline innovation (also known as "111 Project").

International School of Materials Science and Engineering

The International School of Materials Science and Engineering (ISMSE) was selected into the list of "Network of International Centers for Education" supported by the State Administration of Foreign Experts

Affairs and Ministry of Education of P. R. C. in June 2015 as one of the 16 international schools all over the country.

Driven by the "National innovation driven development strategy" and the great demand for national higher education reformation, ISMSE is devoted to building a world-leading MSE discipline through optimizing a high-level research and teaching team, constructing an innovative training pilot zone and establishing an innovative talents training system. Guided by the idea of "enterprise cooperation, international cooperation and research cooperation", ISMSE organized 21 mentor teams lead by academicians or distinguished professors and 4 interdisciplinary innovation and entrepreneurship training teams.

Aiming at leading the world's building materials and new materials in the 21st century, ISMSE values the innovative ability as one of the core capabilities and reform the innovative talent training system of the bachelor program, master and PhD program and international program. ISMSE provides students with a comprehensive curriculum, which covers materials science, life science, energy science, environmental science, information science and advanced manufacturing science. To expose all students to international experiences, joint training programs were created in cooperation with world-leading universities. Furthermore, ISMSE built a variety of platforms for students' all-round development, such as Distinguished Scholars Forum, International Vision Forum, Quality Education Seminar and Material Advantage WUT Chapter. The Material Advantage WUT Chapter was awarded Chapter of Excellence Award in the past 5 years from 2018 to 2022.

State Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing (Wuhan University of Technology)

The State Key Laboratory of Advanced Technology for Material Synthesis and Processing was approved by the State Development Planning Commission in 1987. After state inspection, it was opened for the public in March 1990. The laboratory is under the direct administration of the Ministry of Science and Technology. Currently, Professor Gu Binglin, an academician of the Chinese Academy of Sciences, is the Chair of the laboratory's academic committee, and Professor Fu ZhengYi, an academician of the Chinese Academy of Engineering, is the Director of the laboratory. The laboratory is located in the Wuhan University of Technology, and it is a state key laboratory that specializes in the field of new materials. The Department of Materials Science and Engineering at the Wuhan University of Technology has been classified as a first-class State Key Discipline, included in the national "985" project of "Build a world-class discipline program," and is ranked as A+ in the fourth round of national discipline evaluation. Aiming at the global frontier research of materials science and addressing the primary national needs, this laboratory provides a world-class platform for materials compounding and preparation technology, for developing advanced composite materials for national major projects and pillar industries, and for providing support at the national strategic level. Original and systematic research results, with international impact in transformative technologies, frontier new materials, and interdisciplinary fields, have been reported in this

laboratory, and therefore, it leads the international development in several strategic frontier new materials. The laboratory fosters the development of global first-class research talent through advanced scientific research in the field of materials science and technology. In addition, the laboratory has created a culture of international collaborative innovation and has carried out "Win-Win" international cooperative research, thereby enhancing the international influence, attractiveness, and cohesion of the laboratory. The laboratory has achieved a historic breakthrough in the evaluation of the State Key laboratories in the field of materials science.

Centering on the overall vision and objectives, the laboratory focuses on the establishment and development of multi-component, multi-scale, and multi-level composite principles and material design theories that are built on core research platforms comprising material gradient composite technology, in-situ composite technology, nanocomposite technology, and their integrated innovations. Currently, research on five key materials, including advanced composite materials for national major projects and pillar industries, efficient energy conversion and storage materials for new energy technologies, nanocomposite biomaterials for life sciences, information functional materials for information technology, and frontier new materials for transformative technologies, is being carried out in this laboratory. Therefore, the laboratory has established the following five distinctive research directions: gradient composite technology and new materials, in-situ composite technology and new materials, nanocomposite technology and new materials, transformative technology and frontier new materials, and material composite principles and material design.

The laboratory has an active and innovative research team that mainly comprise young and middle-aged researchers. There are hundred permanent staff members, including one academician of the Chinese Academy of Sciences, two academicians of the Chinese Academy of Engineering, one academician of the Royal Academies for Science and the Arts of Belgium, two academicians of the European Academy of Sciences and Arts, one academician of the Australian Academy of Technology and Engineering, one academician of the World Academy of Ceramics, twelve national level researchers, one chief scientist of the National "973" program, five recipients of the national "Outstanding Youth Science Fund," and thirty recipients of the "national talent Support Plan". etc. This laboratory has been actively supporting outstanding scholars to visit and conduct collaborative research worldwide in world-class universities and research institutions. In recent years, the laboratory has sent several outstanding young scholars to world-class international universities for more than one year to conduct visits and collaborative research.

The laboratory emphasizes global academic exchange and collaboration. In the last five years, we have hired twenty-five international scholars as honorary and visiting professors in the main research areas, with an aim to create cordial working conditions for world-renowned scientists to conduct collaborative research in the laboratory.

The laboratory has carried out substantial "Win-Win" collaborations with the University of Michigan; Japan

Aerospace Exploration Agency (JAXA); the Institute for Materials Research, Tohoku University (Japan); the Materials Research Center, University of Oxford (UK); Composites Research Center, the University of California (US); and the National Institute of Fuel Cells (Canada), among other internationally renowned research institutions. The Ministry of Science and Technology has established the "International Joint Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing," which is one of the first thirty-three international joint laboratories in China. Additionally, the State Administration of Foreign Experts Affairs and the Ministry of Education have jointly formed three discipline bases supported by the Program of Innovation and Talent Introduction, namely "New Material Composite Technology and Advanced Functional Materials," "Advanced Preparation Technology and Application Engineering of New Functional Thin Film Materials," and "Innovation and Talent Introduction Base of Life Composites." Relying on these important international collaboration platforms, the laboratory has undertaken several state key projects with international collaborations and achieved fruitful results in international collaboration and exchanges.

Currently, the laboratory has a floor area of 25,350 square meters, with several advanced materials synthesis and processing instruments, as well as state-of-the-art instruments specializing in materials structure analysis, characterization, and performance testing. The total estimated value of the instrumentation asset is approximately 430 million RMB.

Introduction to the State Key Laboratory of Silicate Materials for Architecture

The State Key Laboratory of Silicate Materials for Architecture was authorized by the Ministry of Science and Technology of China (MoST) in October 2011, and passed the expert acceptance of MoST in July 2013. The laboratory aims to solve the major fundamental theories and common key technology issues during the preparation and service process of silicate materials for architectures, develop low environmental load preparation methods and energy efficiency enhancement theories, research and develop high performance and multifunctional building materials to support major engineering construction and the development of green, energy-saving and intelligent building systems, and provide new theories, new methods and common key technologies for achieving long-term stability and recycling of building materials and structures.

The main research directions of the laboratory comprise the low environment load preparation, the functional design and regulation, the service behavior and life extension principles as well as the recycling design of silicate materials for architecture.

The Laboratory shares a construction area of 12 500 m² and lots of professional research equipment worth more than 100 million RMB, forming a research platform including eight professional secondary laboratories and one public experiment center. The research platform is able to support the research of the science and technology in the field of thermal equipment, cement and cementitious materials, concrete, glass, ceramics, film and coating, wall and road materials.

The Laboratory is open to both domestic and international applications, and values domestic and international academic exchanges and cooperation. Relying on the laboratory, the "International Science and Technology Cooperation Base for Environmental Friendly Building Materials" was established and was identified as a model of international science and technology cooperation base by MoST in 2013.

The innovation achievements of scientific research of the laboratory contribute a lot to the national economy and social development, including providing key technical support for the construction of national major infrastructures, boosting the structural transformation and technological upgrading of traditional building materials industry, and promoting the implementation of energy saving and emission reduction strategies.

Introduction to Interdisciplinary Materials

The scientific journal Interdisciplinary Materials (ISSN: 2767-441X) was launched by Wuhan University of Technology and John Wiley & Sons, Inc in Dec, 2021.

Interdisciplinary Materials is an open-access, peer-reviewed, and rapid-publication journal focusing on the interdisciplinary researches between materials science and other disciplines, such as physics, chemistry, mathematics, mechanics, biology, energy, environment, information, engineering, etc. The journal aims at reporting cutting-edge developments across science and technology around the world.

Interdisciplinary Materials is expected to take an interdisciplinary, frontier, and integrated approach to all areas of materials research while cultivating the exchange of ideas between scientists involved in the different disciplines. Readership includes physicists, chemists, mathematicians, mechanics, biologists, and energy, environment, materials scientists, engineers from academia and industry as well as policymakers.

The first issue was published in Jan, 2022. It has been included in the Emerging Sources Citations Index (ESCI), Ei Compendex and Directory of Open Access Journals (DOAJ) databases.

Contact information

Address: 122 Luoshi Road, Hongshan District, Wuhan, Hubei, P. R. China
Postal Code: 430070
Supporting Institution: Wuhan University of Technology
Tel: 86-27-87884448; Fax: 86-27-87879466
E-mail: sklwut@whut.edu.cn
Contacts: Zhao Xiang, Zhou Lihua

R

УХАНЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Уханьский технологический университет (УТУ) – национальный стратегический университет под прямым управлением Министерства образования. Является одним из первых университетов, вошедших в государственные программы «211 Project» и «Double-First Class» для содействия развитию университетов и научных направлений мирового уровня. УТУ был образован Министерством образования совместно с Министерством транспорта. Так как университет подчиняется напрямую Министерству образования, которое растит и развивает талантливые кадры в области строительства и строительных материалов, транспорта и автомобилестроения, УТУ стал важным центром по подготовке научных кадров и технологических инновационных разработок для этих трех крупнейших промышленных секторов.

Университет включает 3 кампуса: Мафангшан, Юдзитау и СауфЛейк, в общей сложности занимающих площадь 267 гектаров общей площадью зданий 1,95 млн м^2. В настоящее время в УТУ работают более 50 тыс. человек персонала и студентов, 24 академические школы, 4 Национальных технологических инновационных центра и 4 современные библиотеки с фондом в 3,61 млн изданий. С 2000 года УТУ удостоился 20 государственных национальных научных и технических премий, занимая первые позиции в рейтинге всех китайских университетов и колледжей. В 2019 году УТУ был включен в рейтинги Times Higher Education World University Rankings, U.S. News Best Global Universities Rankings, Shanghai Jiao Tong University's Academic Ranking of World Universities and QS Asia University Rankings.

С момента образования Нового Китая УТУ подготовил более 600 тыс. высокопрофессиональных специалистов. В течение последних десяти лет процент впервые трудоустроенных выпускников остается свыше 95% и составляет около 55% от всех трудоустроенных выпускников в международном рейтинге «Top 500 компаний и новых отраслей».

На протяжении многих лет УТУ сформировал отличительную идеологию системы образования с высокими идеалами «Построения отличного университета для завоевания всемирного признания и восхищения», следуя девизу «Быть нравственно непоколебимым, разносторонним в учении, стремящимся к совершенству», а также принципу «Сделать воспитание студентов нашей сущностью, а академическое развитие – приоритетом». Университет воплощает образовательную концепцию «внедрение отличного образования, воспитание первоклассных кадров и создание прекрасной жизни». Руководствуясь Хартией УТУ, утвержденной Министерством образования, УТУ вовлечен в модернизацию системы государственного регулирования с целью занять свое место среди университетов мирового уровня с отличительными признаками.

Здание корпуса научного направления «Материаловедение и инженерное дело» (МИД) Уханьского технологического университета

Основанное в 1958 году в УТУ научное направление «Материаловедение и инженерное дело» (МИД) приоритетно поддерживалось государственной программой «211 проектов для университетов» («State 211 Project for Higher Education Universities») в период с 1995 по 2015 годы, а с 2016 года поддержка стала осуществляться через план развития КНР «Университеты мирового уровня и научные направления мирового уровня» («World-Class University & World-Class Discipline»). Рейтинг этого направления составляет A+ среди 172 ведущих университетов в Китае (№ 1 наравне с этим направлением в университетах Тцинхуа и Бейхан) в 4-ом раунде оценки, организованном Министерством образования в 2017 году, а также входит в топ 1% в международный системе Clarivate Analytics' Essential Science Indicators.

В развитие МИД вовлечены: 1 член Китайской академии наук, 3 члена Китайской инженерной академии, 3 члена Европейской академии, 1 член Бельгийской королевской академии, 1 член Международной академии керамики, 1 стипендиат Австралийской академии технологий и инженерии, 10 стипендиатов Королевского химического общества, Американского общества физики и Американского общества керамики. Также в МИД работают 23 китайских высокопрофессиональных сотрудника, некоторые из которых являются стипендиатами Национального фонда National Natural Science Foundation of China for Distinguished Young Scholars (аналогичен премии NSF Career Awards), и 22 китайских молодых специалиста.

Для содействия развитию научного направления МИД были основаны 2 государственных ключевых лаборатории: Государственная ключевая лаборатория передовых технологий синтеза и обработки

материалов и Государственная ключевая лаборатория силикатных материалов для архитектуры. Первая лаборатория получила оценку «превосходно» среди 21 государственной ключевой лаборатории по МИД в 2018 году. Помимо этого, были построены 2 государственных международных лаборатории для совместных исследований и 4 базы внедрения зарубежных компетенций как инновационного составляющего научной области (известный как «111 Project»).

Международная школа материаловедения и инженерии

Международная школа материаловедения и инженерного дела (МШМИД) была включена в список «Сети международных образовательных центров» при поддержке Государственной администрации КНР по делам иностранных экспертов и Министерства образования КНР в июне 2015 года как одна из 16 международных школ по всей стране.

Руководствуясь «Национальной стратегией развития, ориентированной на инновации» и большую потребность в реформировании национальной системы высшего образования, МШМИД стремится создать ведущее в мире направление МИД путем привлечения исследовательского и преподавательского состава высокого уровня, создания инновационной пилотной зоны обучения и формирования инновационной системы подготовки талантов. Руководствуясь идеями «сотрудничества предприятий, международной кооперации и сотрудничества в области исследований», МШМИД организовала 21 группу наставников под руководством ученых или видных профессоров, а также 4 междисциплинарные группы по обучению инновациям и предпринимательству.

Стремясь стать ведущим мировым разработчиком строительных материалов и новых материалов в 21 веке, МШМИД оценивает инновационные способности как одну из ключевых возможностей и проводит реформирование инновационной системы подготовки кадров в рамках программы бакалавриата, магистратуры и докторантуры, а также международной программы обучения. МШМИД предлагает студентам всеобъемлющую учебную программу, которая охватывает материаловедение, естественные науки, отраслевые энергетические науки, науки об окружающей среде, информатику и изучение передовых производственных технологий. Чтобы познакомить всех студентов с международным опытом, реализуются совместные программы обучения в сотрудничестве с ведущими мировыми университетами. Кроме того, при МШМИД создано несколько платформ для всестороннего развития студентов, таких как Форум выдающихся исследователей, Международный форум по видению будущего развития, Семинар оценки качества образования, Студенческое научное общество (СНО) материаловедения Уханьского технологического университета. СНО материаловедения пять лет подряд с 2018 по 2022 год удостаивается награды Chapter of Excellence Award.

Государственная стратегическая лаборатория перспективных технологий синтеза и обработки материалов (Уханьский технологический университет)

Государственная ключевая лаборатория перспективных технологий синтеза и обработки материалов была утверждена Государственной комиссией планирования развития в 1987 году. После государственной инспекции она была открыта для общественности в марте 1990 года. Лаборатория находится в непосредственном ведении Министерства науки и технологии. В настоящее время профессор Гу Бинлинь, академик Китайской академии наук, является председателем академического Комитета лаборатории, а профессор Фу Чжэн И, академик Китайской инженерной академии, является директором лаборатории. Лаборатория расположена в Уханьском технологическом университете и является ключевой государственной лабораторией, специализирующейся в области новых материалов. Факультет материаловедения и инженерного дела Уханьского технологического университета был классифицирован как первоклассное государственное ключевое научное направление, включенное в национальный проект «985», «Создание учебной программы мирового уровня» и получил оценку A+ в четвертом раунде национальной оценки научных направлений. Стремясь к глобальным передовым исследованиям в области материаловедения и удовлетворяя основные национальные потребности, эта лаборатория представляет собой платформу мирового класса для технологии компаундирования и подготовки материалов, для разработки передовых композитных материалов для крупных национальных проектов и отраслей промышленности, а также для оказания поддержки на национальном стратегическом уровне. Лаборатория сообщила об оригинальных и систематических результатах исследований с международным участием в области трансформационных технологий, передовых новых материалов и междисциплинарных областей, и поэтому она возглавляет разработку нескольких стратегических передовых новых материалов на международном уровне. Лаборатория способствует развитию первоклассных исследовательских талантов во всем мире посредством передовых научных исследований в области материаловедения и технологий. Кроме того, лаборатория создала культуру международных совместных инноваций и провела международные совместные исследования по принципу «win-win», тем самым укрепив международное влияние, привлекательность и сплоченность лаборатории. Лаборатория добилась исторического прорыва по оценке ключевых государственных лабораторий в области материаловедения.

Сосредоточившись на общем видении и целях, лаборатория фокусируется на создании и разработке многокомпонентных, разномасштабных и многослойных композитных материалов и теории проектирования материалов, изучение которых строится на основных исследовательских платформах, включающих технологию градиентных композитных материалов, технологию изготовления композитных материалов «в момент образования», нанокомпозитную технологию и интегрированные инновации. В настоящее время проводятся исследования пяти ключевых материалов, в том числе передовых композитных материалов для крупных национальных проектов и опорных отраслей, материалов для эффективного преобразования и хранения энергии для новых энергетических технологий, нанокомпозитных биоматериалов для естественных наук, информационных функциональных материалов для информационных технологий и передовых новых материалов для трансформационных технологий. Таким образом, лаборатория установила следующие пять отличительных направлений исследований: градиентная композитная технология и новые материалы, технология изготовления композитных материалов «в момент образования» и новые материалы, нанокомпозитная технология и новые материалы, преобразующая технология и передовые новые материалы, а также принципы композитных материалов и дизайн материалов.

В лаборатории работает активная и инновационная исследовательская группа, состоящая в основном из молодых исследователей и исследователей среднего возраста. 100 постоянных сотрудников, в том числе 1 академик Китайской академии наук, 2 академика Китайской инженерной академии, 1 академик Королевской академий наук и искусств Бельгии, 2 академика Европейской академии наук и искусств, 1 академик Австралийской инженерно-технологической академии, 1 академик Всемирной академии керамики, 12 исследователей национального уровня, 1 главный научный сотрудник Национальной программы «973», 5 стипендиатов национального фонда

«Outstanding Youth Science Fund» и 30 стипендиатов «Национального плана поддержки талантов» и т.д. Лаборатория активно поддерживает выдающихся ученых, которые приезжают и проводят совместные исследования по всему миру в университетах и исследовательских институтах мирового уровня. В последние годы лаборатория направила несколько выдающихся молодых ученых в международные университеты мирового уровня более чем на один год для проведения совместных исследований.

Лаборатория делает упор на глобальный академический обмен и сотрудничество. За последние пять лет мы приняли на работу 25 зарубежных ученых в качестве почетных и приглашенных профессоров в основных областях исследований с целью создания благоприятных условий работы для всемирно известных ученых и проведения совместных исследований в лаборатории. Лаборатория наладила взаимовыгодное сотрудничество с Мичиганским университетом; Японским агентством аэрокосмических исследований (JAXA); Институтом материаловедения Университета Тохоку (Япония); Центром исследования материалов Оксфордского университета (Великобритания); Центром исследования композитов Калифорнийского университета (США) и Национальным институтом топливных элементов (Канада), а также с другими всемирно известными научно-исследовательскими учреждениями. Министерство науки и технологий создало «Международную совместную лабораторию передовых технологий синтеза и обработки материалов», которая является одной из первых 33 международных совместных лабораторий в Китае. Кроме того, Государственная администрация КНР по делам иностранных экспертов и Министерство образования совместно сформировали три научные базы, поддерживаемые Программой инноваций и развития талантов, а именно «Новые композитные материалы и передовые функциональные материалы», «Передовые технологии подготовки и прикладного проектирования новых функциональных тонкопленочных материалов» и «Инновации и таланты для увеличения срока службы композитов». Опираясь на эти важные платформы международного сотрудничества, лаборатория осуществила несколько ключевых государственных проектов с международным сотрудничеством и добилась плодотворных результатов.

В настоящее время площадь лаборатории составляет 25 тыс. 350 м^2, с оснащением современным оборудованием для синтеза и обработки материалов, а также самыми современными приборами для анализа структуры материалов, характеристики и тестирования производительности. Общая оценочная стоимость оснащения лаборатории составляет приблизительно 430 млн юаней.

Знакомство с Государственной ключевой лабораторией силикатных материалов для архитектуры

Государственная ключевая лаборатория силикатных материалов для архитектуры получила одобрение для открытия Министерством науки и техники Китая (МНТК) в октябре 2011 года, а в июле 2013 года прошла экспертизу МНТК. Лаборатория развивает основные фундаментальные теории и общие ключевые технологические вопросы в процессе разработки и во время срока службы силикатных материалов для архитектуры, разрабатывает методы производства с низкой нагрузкой на окружающую среду и теории повышения энергоэффективности, исследует и разрабатывает высокоэффективные и многофункциональные строительные материалы для поддержки основных инженерных конструкций, разрабатывает экологически чистые, энергосберегающие и интеллектуальные строительные системы, а также предлагает новые теории, новые методы и основные ключевые технологии для достижения долгосрочной стабильности и переработки строительных материалов и конструкций.

Основными направлениями работы лаборатории являются исследования для снижения нагрузки на окружающую среду, функциональное проектирование и регулирование, исследования «поведения» материалов во время срока службы и принципы продления срока службы, а также переработка силикатных материалов для строительства.

Лаборатория занимает площадь 12 500 м^2 и оснащена профессиональным исследовательским оборудованием стоимостью более 100 миллионов юаней, образуя исследовательскую платформу, включающую восемь профессиональных вторичных лабораторий и один общественный экспериментальный центр. Исследовательская платформа имеет мощности для проведения исследований в области науки и техники теплового оборудования, цемента и вяжу-

щих материалов, бетона, стекла, керамики, пленок и покрытий, стеновых и дорожных материалов.

Лаборатория доступна как для китайских, так и для международных заявок и нацелена на внутренние и международные академические обмены и сотрудничество. На базе лаборатории была создана «Международная база научно-технического сотрудничества в области экологически чистых строительных материалов», которая в 2013 году была определена МНТК в качестве модели международной базы научно-технического сотрудничества.

Инновационные достижения научных исследований лаборатории вносят большой вклад в национальную экономику и социальное развитие, включая предоставление ключевой технической поддержки для строительства основной национальной инфраструктуры страны, стимулирование структурных преобразований и технологической модернизации традиционной промышленности строительных материалов, а также содействие внедрению стратегий энергосбережения и сокращению выбросов.

Знакомство с журналом Interdisciplinary Materials

Научный журнал Interdisciplinary Materials (ISSN: 2767-441X) был запущен Уханьским технологическим университетом совместно с John Wiley & Sons, Inc в декабре 2021 года.

Interdisciplinary Materials – это рецензируемый журнал открытого доступа с быстрой публикацией статей, фокусирующийся на междисциплинарных исследованиях между материаловедением и другими дисциплинами, такими как физика, химия, математика, механика, биология, энергетика, окружающая среда, информация, инженерия и т. д. Журнал стремится представлять информацию о передовых разработках в области науки и техники по всему миру.

Ожидается, что Interdisciplinary Materials будет использовать междисциплинарный, особый передовой и комплексный подход ко всем областям материаловедения, одновременно способствуя обмену идеями между учеными, занимающимися различными направлениями исследований. Аудитория журнала будет включать ученых-физиков, химиков, математиков, механиков, биологов, специалистов в области энергетики, окружающей среды, материаловедения, инженеров-теоретиков и практиков, а также политических деятелей.

Первый выпуск журнала вышел в свет в январе 2022 года. Журнал включен в базы данных Emerging Sources Citations Index (ESCI), Ei Compendex и Directory of Open Access Journals (DOAJ).

Контактная информация

Уханьский технологический университет
430070, Китай, провинция Хубей, г. Ухань,
район Хунгшан, 122 Луоши Роуд,
Тел: 86-27-87884448; Факс: 86-27-87879466
E-mail: sklwut@whut.edu.cn
Контактные лица: Джао Сянг, Джоу Лихуа

R

THE RESULTS OF THE SPECIALISTS' AND SCIENTISTS' RESEARCHES

Original article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-361-374

CC BY 4.0

Nanostructural changes in the components of chrysotile-cement dust under the influence of different levels of acidity and exposure time

Sergey V. Klyuev[1, 2]*, Lyudmila N. Naumova[2], Igor V. Nedoseko[3], Alexander V. Klyuev[2], Elena S. Shorstova[2]

[1] Peoples' Friendship University of Russia named after Patrice Lumumba, Moscow, Russia
[2] Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia
[3] Ufa State Petroleum Technological University, Ufa, Russia

* Corresponding author: e-mail: klyuyev@yandex.ru

ABSTRACT

Introduction. The article considers the issue of modifying the initial chrysotile fiber and its bundles by the action of hydration products of Portland cement and various acidity value of the treated medium. A brief justification of the relevance of the research topic is provided. It is noted that recently, issues of production of composite materials based on natural and man-made raw materials, which are a promising area of modern economics, have aroused great scientific and practical interest. The availability and low cost of raw materials, as well as low energy, transportation, and overhead costs, contribute to reducing the cost of composite materials. At the same time, the high contractual prices and strong demand in both domestic and foreign markets provide incentives for increasing production volumes. The aim of the research is to study the behavior of the initial chrysotile fibers and their aggregates in the composition of the cement component under the influence of different acidity of the treated medium. Research objective: to investigate the behavior of chrysotile cement dust components under an aggressive environmental condition with electron microscopy examination; calculation of the number and dimensional characteristics of nanofibers and dust particles under the influence of various exposure times of the aggressive factor; microdifraction studies of the nanostructure of the studied samples after exposure to acidic media. Materials and methods. The materials used in the research and their characteristics are given, in particular, chrysotile cement dust containing fibers of commercial chrysotile, acidity of the medium, exposure time, micro- and nanofibers obtained after exposure to aggressive medium. Samples of chrysotile cement dust were taken at the slate production No.1 of JSC "BelACI" and collected at the place of sawing of chrysotile cement products, underwent the stage of dispersion using a centrifugal separator. In the work chrysotile cement dust was used as an object of environmental pollution and its further use in the production of composite chrysotile cement products. **Results.** The results of studies on the influence of aggressive environment on the components of chrysotile-cement dust, their size characteristics, and structural nano-changes are presented. The studied samples have been examined in a scanning ion-electron microscope at magnifications of 200x, 500x, 5000x, 10000x, and their chemical composition have been analyzed. **Discussion.** The results of analysis of the obtained experimental data are given. Quantitative composition of fibers and aggregates of fibers in chrysotile cement dust changes after its exposure in acidic medium in comparison with their quantity in initial chrysotile cement dust, and the quantity of separate thin fibers increases, it is explained by the fact that in acidic medium there is not only destruction of cement stone, but also splitting of bundles of chrysotile fibers into micro- and nanofibers. **Conclusions.** Electron microscopic examination of initial commercial chrysotile fibers and their bundles in cement dust have shown changes in their dimensional and quantitative characteristics, including the products of Portland cement hydration under the influence of the factor of aggressiveness of the environment.

KEYWORDS: commercial chrysotile, chrysotile cement dust, micro- and nanofibers, hydration products, acidity of the medium, quantitative and dimensional characteristics.

ACKNOWLEDGMENTS: This work was supported by funding under the national project "Science and University" for the establishment of a new laboratory, "Development, Research, and Pilot-Industrial Testing of High-Tech Technologies and Technical Means for the Production of Polymer-Containing Composite Mixtures and Products from Technogenic Organomineral Components" (project FZWN 2024-0002).

This work was carried out using the equipment of the High Technology Center at V.G. Shukhov Belgorod State Technological University.

FOR CITATION:
Klyuev S.V., Naumova L.N., Nedoseko I.V., Klyuev A.V., Shorstova E.S. Nanostructural changes in the components of chrysotile-cement dust under the influence of different levels of acidity and exposure time. *Nanotechnologies in Construction.* 2024; 16(4): 361–374. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-361-374. – EDN: IXRKHR.

© Klyuev S.V., Naumova L.N., Nedoseko I.V., Klyuev A.V., Shorstova E.S., 2024

INTRODUCTION

Chrysotile, formerly known as asbestos, is one of the most common minerals [1–3] in the group of serpentine silicates [4]. It possesses unique physical [5–8] and chemical properties [9–11], which make it valuable in many industrial applications. Chrysotile consists of fibers that can be thin, flexible, and have high tensile strength [12]. Its chemical formula can be represented as $Mg_3(Si_2O_5)(OH)4Mg_3(Si_2O_5)(OH)_4$, indicating its magnesium silicate composition with hydroxyl groups [13–15]. Due to its strength, high temperature resistance, and chemical inertness, chrysotile has found wide use in construction, automotive manufacturing, and other industries. In natural conditions, it forms three types of structures: cross-fibrous, longitudinal-fibrous, and tangled-fibrous. Fibers typically range from 2 to 5 mm in length [16], sometimes longer, up to 20–30 mm [17], and extremely rarely over 100 mm [18].

In industry, chrysotile is valued for its exceptional mechanical strength [19], low electrical conductivity [20,21], thermal stability [22], and excellent adsorption qualities [23]. Fiber length [24] plays a crucial role in its industrial applications. Approximately 60% of mined chrysotile is used in the production of chrysotile cement products, which, due to their unique properties, are widely used in the construction industry and other sectors. Chrysotile cement products include materials such as roofing and wall panels, pipes [25] for water supply and sewage [26], as well as various types of sheets and boards [27]. These products are valued for their strength [28], fire resistance, and durability [29], making them a popular choice for many construction projects [30,31].

The peak of chrysotile production [32–34] was reached in 1977, when the total production volume was approximately 5.5 million tons, with over 2.5 million tons from the USSR [35] and over 1.5 million tons from Canada [36]. Since the 1980s, due to environmental risks, chrysotile production volumes began to decline, dropping to 2 million tons by 1998 [37]. Today, the main producers of chrysotile are Russia, Canada, China, Brazil, Zimbabwe [38], Kazakhstan, and South Africa. The total asbestos reserves are estimated to be around 80 million tons, with chrysotile accounting for over 95% of this.

Industrial deposits of chrysotile, also known as white asbestos, often form as a result of hydrothermal and metamorphic processes [39–41], which significantly influence the formation and distribution of these minerals.

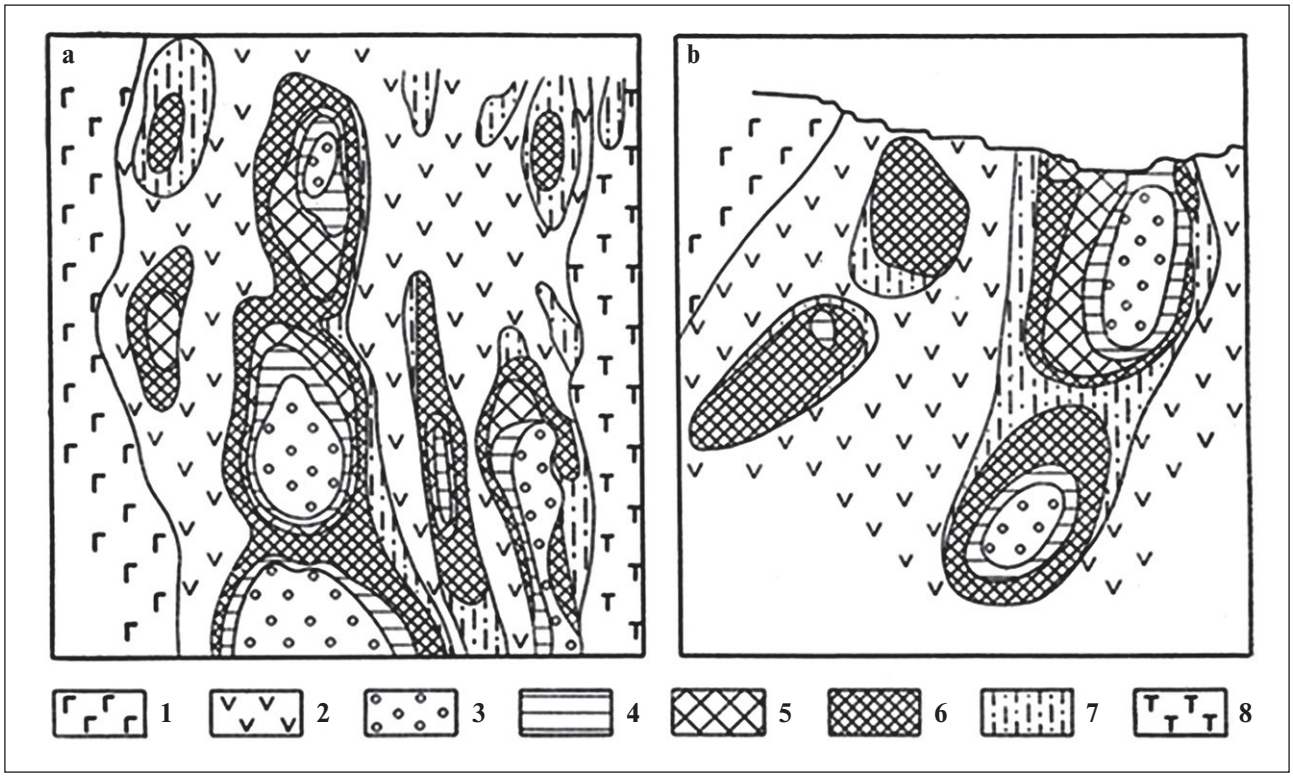


Fig. 1. **Schematic geological map (a) and cross-section (b) of a section of the Bazhenovskoye chrysotile deposit. According to V.F. Dybkov and M.M. Trapeznikova:** 1 – gabbro; 2 – serpentinites; 3 – peridotites; 4 – peridotites with bordered chrysotile veins; 5 – peridotites and serpentinites with coarse-mesh asbestos mineralization; 6 – serpentinites with fine-mesh asbestos mineralization and "fine-vein" chrysotile; 7 – serpentinites with chrysotile veining; 8 – talcified serpentinites

Hydrothermal processes involve the movement of hot aqueous solutions through cracks and pores in the Earth's crust, leading to changes in the chemical composition of surrounding rocks and the formation of new minerals. In the case of chrysotile, these processes can contribute to the enrichment of rocks with magnesium, a key component of the mineral. Metamorphic processes include the transformation of minerals under high temperatures and pressures, which is also characteristic of zones where chrysotile is found. These processes can lead to the serpentinization of ultramafic rocks, resulting in serpentine minerals, including chrysotile. The most significant industrial deposits belong to the apo-ultramafic type, which includes three subtypes: Bazhenovskoye, Labinskoye, and Karachayevo.

Bazhenov-type asbestos deposits belong to a special category characterized by certain geological and mineralogical features. These deposits are typically associated with the Bazhenov Suite, which is known for its unique black shales rich in organic matter. Bazhenov-type asbestos can contain various forms of asbestos minerals, including chrysotile and amphiboles. The uniqueness of these deposits lies in their concentric zonal structure, defined by a wide range of asbestos formations, varying from thin layers to single and complex bordered veins. A distinctive feature of these deposits is their concentric zoning, resulting from the diversity of asbestos occurrences, from thin interlayers to simple and complex bordered veins. This structure indicates a multi-level and complex nature of the processes that led to their formation, including both geological and hydrothermal influences. This gives Bazhenov deposits special value not only in the context of asbestos mining but also in terms of understanding the geological evolution of the region (Fig. 2).

The primary asbestos veins, rich in pure chrysotile with a cross-fiber structure [42], play a crucial role in asbestos deposits. These veins are found surrounded by massive serpentinites [43], followed by zones of serpentinized ultramafics [44], progressing to weakly serpentinized peridotites [45] or dunites [46]. These primary veins can contain asbestos fibers reaching lengths of up to 60 mm, which is considered significant for asbestos fibers [47].

More complex veins are characterized by the presence of multiple parallel asbestos veinlets separated by solid serpentinite. Although the fibers in these veins are shorter, the overall chrysotile content can reach up to 10%. Areas known as "coarse meshes" contain short and chaotically arranged chrysotile veinlets, separated by sections of hyperbasite. At the periphery of the deposits is the "fine mesh" in fully serpentinized areas of the host rock [48].

The petrographic characteristics of hyperbasites, including their mineralogical composition and texture, play a crucial role in serpentinization processes. These processes, occurring deep within the Earth, lead to the

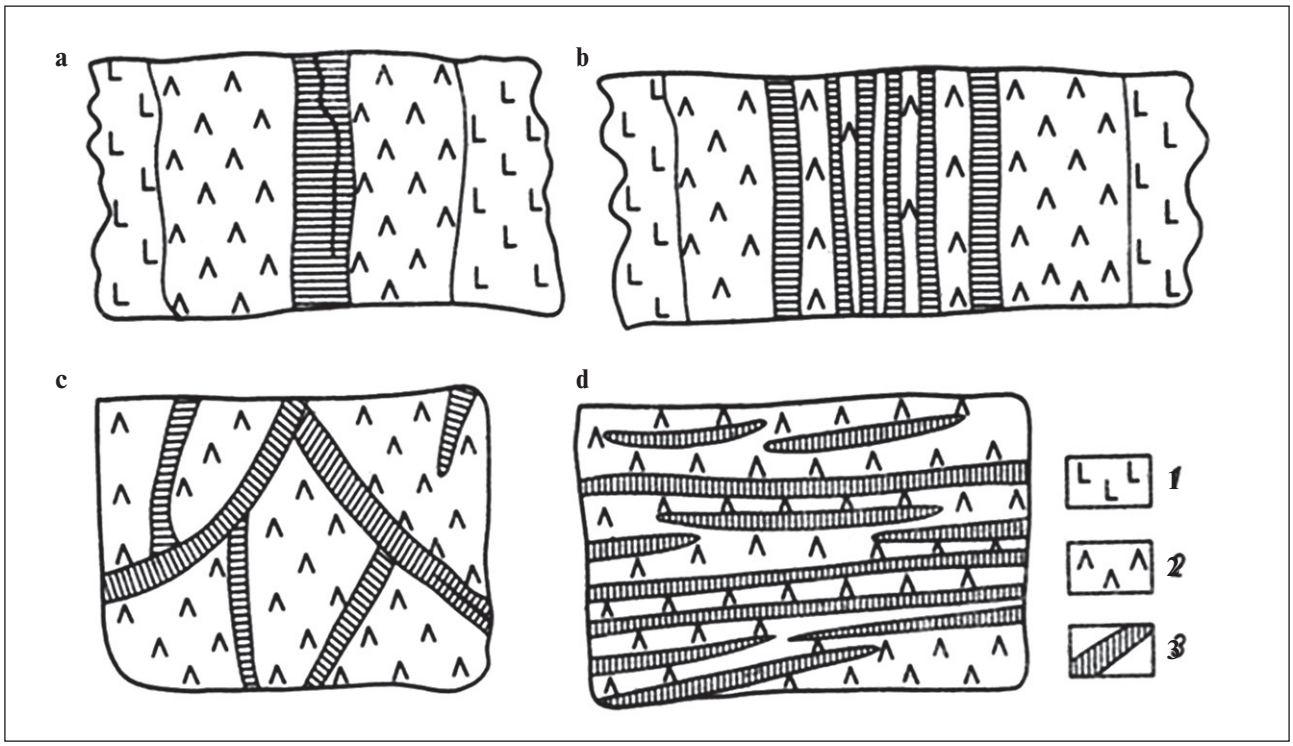


Fig. 2. **Types of chrysotile asbestos veining (textures):** a – simple bordered vein, with a veinlet visible in the center; b – complex bordered vein; c – fine mesh type ore; d – fine vein type ore. 1 – harzburgite, 2 – serpentinite, 3 – chrysotile veins

transformation of primary magmatic minerals into serpentine associations, significantly affecting the asbestos content in these rocks.

Harzburgites, a variety of ultramafic rocks, are often associated with high asbestos content. This is due to their specific mineral composition and formation conditions, which promote the formation of asbestos minerals such as chrysotile. In serpentinized harzburgites, asbestos minerals can form long fibers, making them economically valuable.

The formation of chrysotile asbestos in serpentinized ultramafics is a process that attracts the attention of geologists and environmentalists due to its industrial significance and environmental impact. Chrysotile asbestos, the most common type of asbestos, forms through serpentinization when primary magmatic minerals like olivine and pyroxene transform into serpentine minerals under the influence of water and pressure. These processes not only lead to the formation of chrysotile asbestos but also alter the physical and chemical properties of the original rock, making it less dense and more permeable.

Labinsk deposits form under specific geological conditions characterized by a high degree of serpentinization of ultramafics, resulting in significant reserves of chrysotile asbestos. These deposits have a diverse mineralogical composition, including serpentine minerals, magnesite, talc, and other associated minerals, indicating complex formation processes. Labinsk subtype deposits are distinguished by chrysotile veins with a cross-fiber structure that can extend over long distances [49].

Karachay deposits, like many other types of asbestos deposits, have several unique geological characteristics. One such feature is the presence of longitudinal-fiber veins. The longitudinal-fiber structure of the veins indicates that they formed under conditions where geological forces acted in a specific direction over a significant period. These veins are often rich in asbestos minerals, particularly chrysotile, which is the most common type of asbestos and widely used in industry [50].

Skarn deposits, such as the Aspogash deposit in Russia and their analogs in the USA and China, are contact-metasomatic and associated with serpentinization in dolomitic limestones and dolomites. Asbestos from skarn deposits is characterized by a cross-fiber structure and particularly low iron content, making it especially valuable for the electrical industry due to the high purity and dielectric properties of the material [51].

MATERIALS AND METHODS

Investigating the chemical composition of the constituents of chrysotile cement dust is an important aspect of understanding their environmental and human health impacts. The Quanta 200 3D scanning ion-electron microscope you mentioned is indeed a powerful tool for such studies. It allows not only to visualize micro-objects, but also to analyze their chemical composition with high precision thanks to energy dispersive analysis.

Energy-dispersive analysis (EDA) or X-ray microanalysis (XRMA) utilizes characteristic X-ray emission induced in the sample by an electron beam to determine the elemental composition. This technique enables identification and quantitative assessment of various elements present in the sample.

The focused ion beam system Magnum and the micromanipulator OmniProbe 100.7 enable the extraction and preparation of thin foils from specific regions of the sample, which is necessary for transmission electron microscopy. This facilitates obtaining more detailed information about the structure and composition of the material.

The localized tungsten deposition system "W deposition" and the integrated Pegasus 2000 system for microanalysis with the Sapphire X-ray detector enhance the capabilities of the microscope, enabling more complex studies, including the determination of grain misorientation using backscattered electron diffraction.

Two varieties of spectrometers are used to investigate spectral features within RSMa: one without the use of a crystal and one with a crystal analyzer. These devices provide high accuracy in determining the composition of elements in the samples, which is critical for studying the characteristics of chrysotile cement dust and assessing its effects.

The chrysotile-cement dust used in the study was obtained from the production line of the first slate plant of the "BelACI" company. Dust collection took place during the sawing process of chrysotile-cement products, after which it was dispersed using a centrifugal separator. The sample was stored in polyethylene containers with a self-sealing lid.

In the experiment to analyze the effect of acidity on the structure of initial commercial fibers of chrysotile cement dust, solutions with different pH levels: 3, 4, and 6 were used. The procedure included placing 1 gram of dust in a test tube followed by the addition of 20 ml of HCl solution. The solutions were prepared by diluting 60 ml of distilled water with 10 ml of 0.1M HCl to achieve pH 3, 5 ml for pH 4, and 2.5 ml for pH 6. The samples were kept in these environments for 2 hours, 24 hours, three days, and a week at 30°C. Afterwards, the samples were washed with water and analyzed using the scanning ion-electron microscope at magnifications of 200×, 500×, 5000×, and 10000× to study their chemical composition.

RESULTS

Based on the obtained images taken with the electron microscope, a visual analysis was performed to determine the number of individual fibers and their clusters. The data are presented in Table 1.

Table 1
Quantitative composition of initial commercial fibers and their aggregates in chrysotile cement dusts

No. of p.p.	Number of fibrous particles in asbestos–cement dust at visual counting in electron microscope, pcs.								
	Fiber aggregates					Fibers			
	Aging time in acidic medium	augmentation				augmentation			
		200x	500x	5000x	10000x	200x	500x	5000x	10000x
Initial chrysotile cement dust (dispersed powder)									
1	–	5	5	4	5	11	7	6	7
	Initial chrysotile cement dust in acidic medium (PH = 3)								
1	2 hours	2	2	2	7	8	7	5	5
2	1 day	–	–	1	3	5	8	8	8
3	3 days	–	2	1	–	9	13	60	80
4	1 week	–	1	–	2	5	15	90	100
Initial chrysotile cement dust in acidic medium (PH = 4)									
1	2 hours	1	2	2	1	6	19	40	180
2	1 day	–	1	1	–	4	16	80	150
3	3 days	–	1	2	–	15	15	50	100
4	1 week	–	1	1	–	8	10	90	100
Initial chrysotile cement dust in acidic medium (PH = 6)									
1	2 hours	–	1	1	–	7	9	30	150
2	1 day	2	1	1	1	15	13	50	60
3	3 days	1	–	–	–	12	16	50	70
4	1 week	–	–	–	1	9	20	150	100

* – The fiber count was performed using 10 photographs for each sample

Table 2
Chemical composition of chrysotile cement dust and after its exposure in acidic medium

№	Medium acidity	Exposure time	Oxide content,wt.%						
			MgO	SiO_2	SO_3	K_2O	CaO	Fe_2O_3	NiO
1	Initial asbestos-cement dust (powder)		22.71	33.3	2.34	0.59	38.1	2.96	–
2	PH = 3	2 hours	19.85	33.88	1.57	0.57	41.47	2.66	–
3		1 day							–
4		3 days	13.79	29.77	2.12	0.55	49.65	4.12	–
5		1 week	21.30	35.00	1.93	0.63	38.11	3.03	–
6	PH = 4	2 hours	22.66	34.28	1.98	0.54	38.08	2.46	–
7		1 day	23.27	34.75	2.24	0.53	36.12	3.1	–
8		3 days	19.71	35.33	2.3	0.44	39.52	2.71	–
9		1 week	14.57	29.6	2.47	0.51	49.19	3.65	–
10	PH = 6	2 hours	20.30	31.07	2.80	0.64	41.83	3.36	–
11		1 day	8.96	25.35	2.54	–	55.45	7.03	0.66
12		3 days	26.47	36.05	1.5	–	33.81	2.17	–
13		1 week	11.12	30.16	2.75	–	51.99	3.99	–

The study of the data presented in Table 1 showed that after exposure to an acidic environment, the number of fiber aggregates in the chrysotile-cement dust decreased by 20–40 units, while the number of individual thin fibers increased by 10–900 units. This change in the quantity of fibers and aggregates is due to the breakdown of the cement matrix surrounding the chrysotile fibers, leading to the disintegration of parallel-fiber aggregates of chrysotile in an acidic environment.

The chemical composition of the fibers, including both the original chrysotile-cement dust and the samples exposed to acid for 2 hours, 1 day, 3 days, and 1 week at pH levels 3, 4, and 6 and a temperature of 30°C, is detailed in Table 2.

DISCUSSION

The study of the chemical composition of chrysotile cement dust exposed to acid allows us to conclude that there is an increase in the level of calcium oxide (CaO) on the surface of microfibers. This phenomenon is due to the adsorption of CaO from the solution, which is leached out from the hydration products of Portland cement during the leaching process.

Electron microscope images and microdiffraction patterns of the fibrous component of the cement dust at different pH levels are shown in Figures 3–6, respectively.

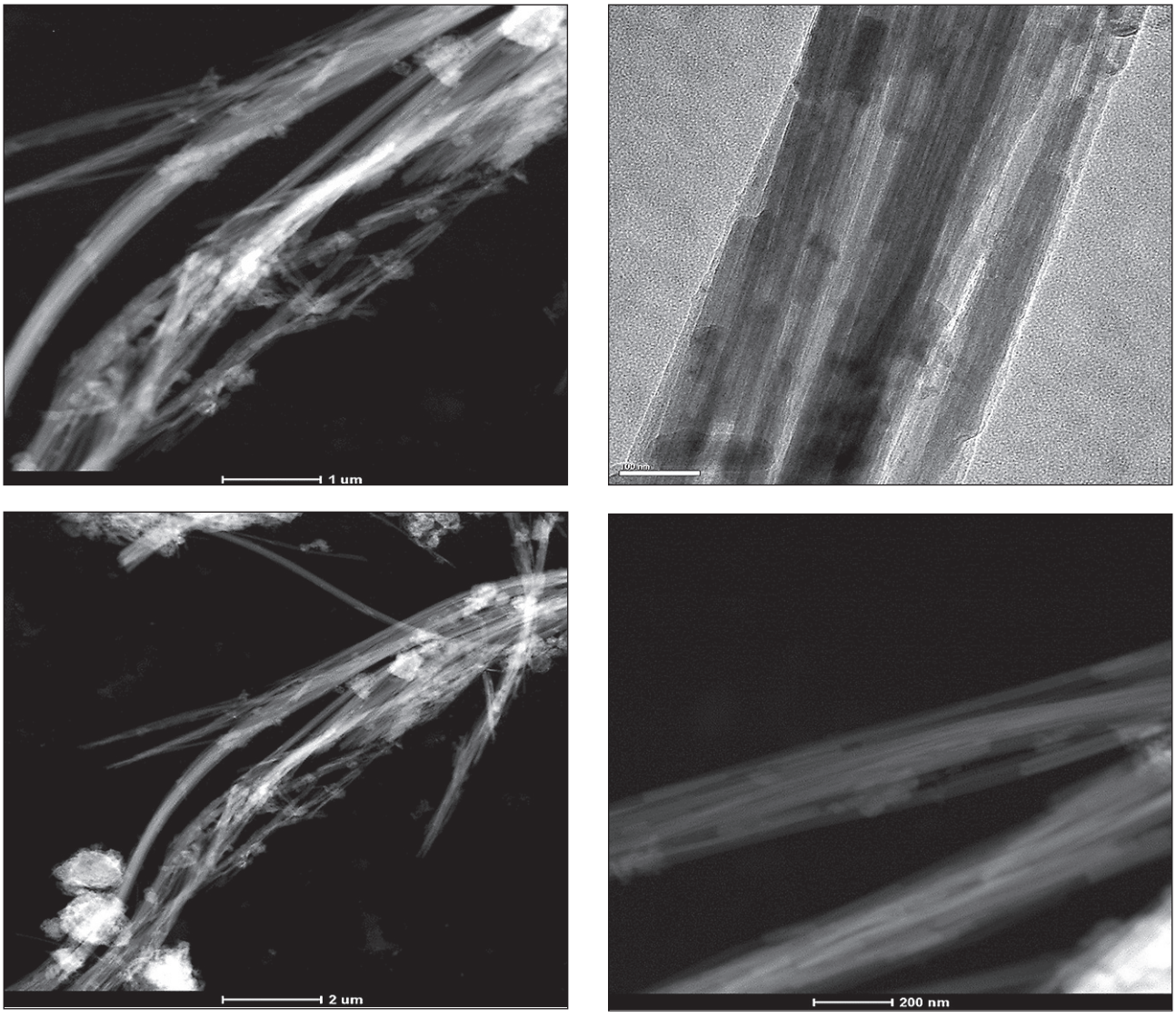


Fig. 3. **Chrysotile micro- and nanofibers in samples of chrysotile cement dust after its soaking in acidic medium at PH = 4 for 2 hours**

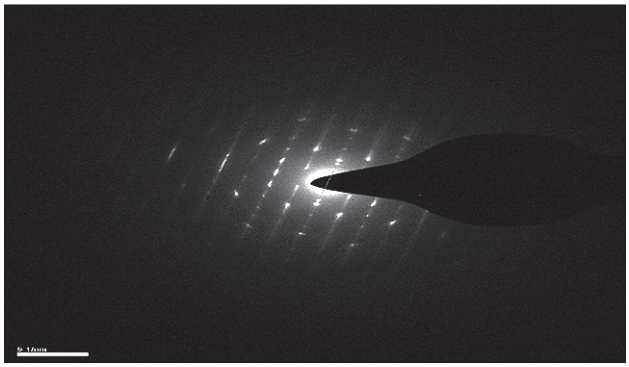


Fig. 4. **Microdiffraction pattern of chrysotile cement dust nanofibers aged in acidic medium at PH = 4 for 2 hours**

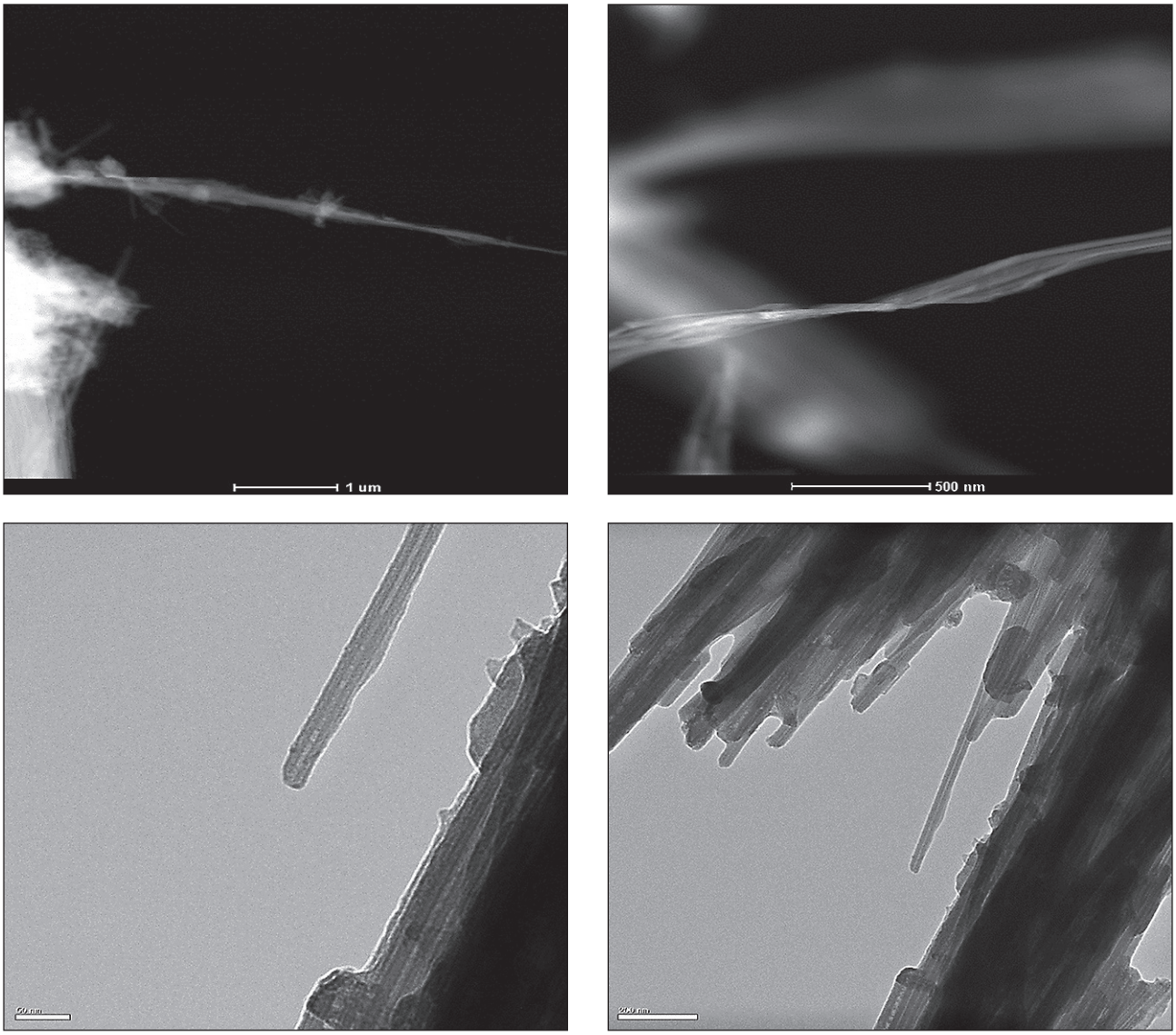


Fig. 5. **Chrysotile micro- and nanofibers in samples of chrysotile cement dust after its soaking in acidic medium at PH = 4 for 1 week**

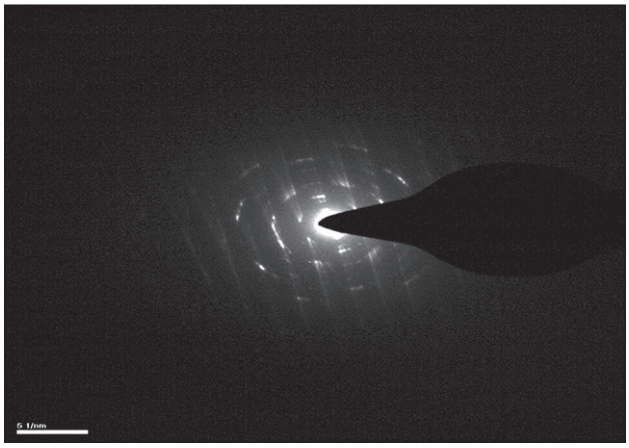


Fig. 6. **Microdiffraction pattern of chrysotile cement dust nanofibers aged in acidic medium at PH = 4 for 1 week**

Table 3

Chemical composition of chrysotile-cement dust after exposure to an acidic environment based on energy-dispersive microanalysis data

№	Acidity medium	Exposure time	Oxide content,wt.%			
			MgO	SiO_2	CaO	Fe_2O_3
1	PH = 4	2 hours	19.82	33.75	3.18	
2		1 week	5.67	46.06	4.79	0.39

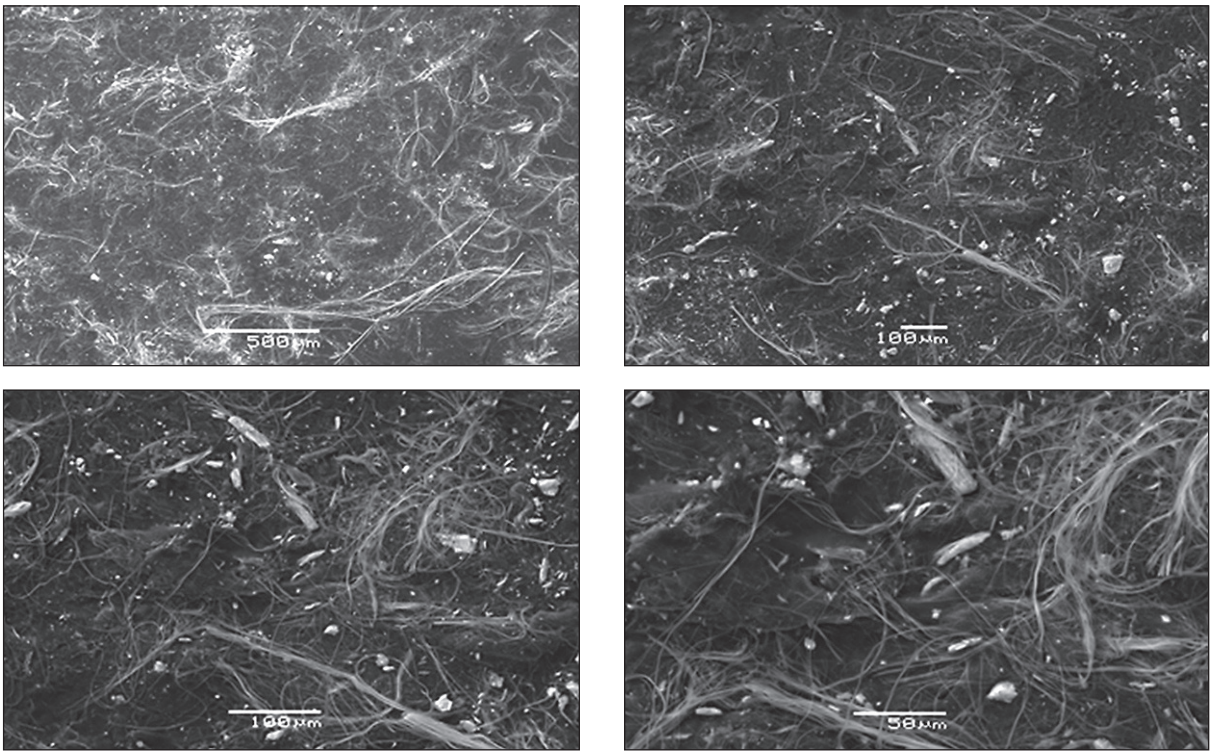


Fig. 7. **Microfibers and fiber bundles of commercial chrysotile in chrysotile cement dusts**

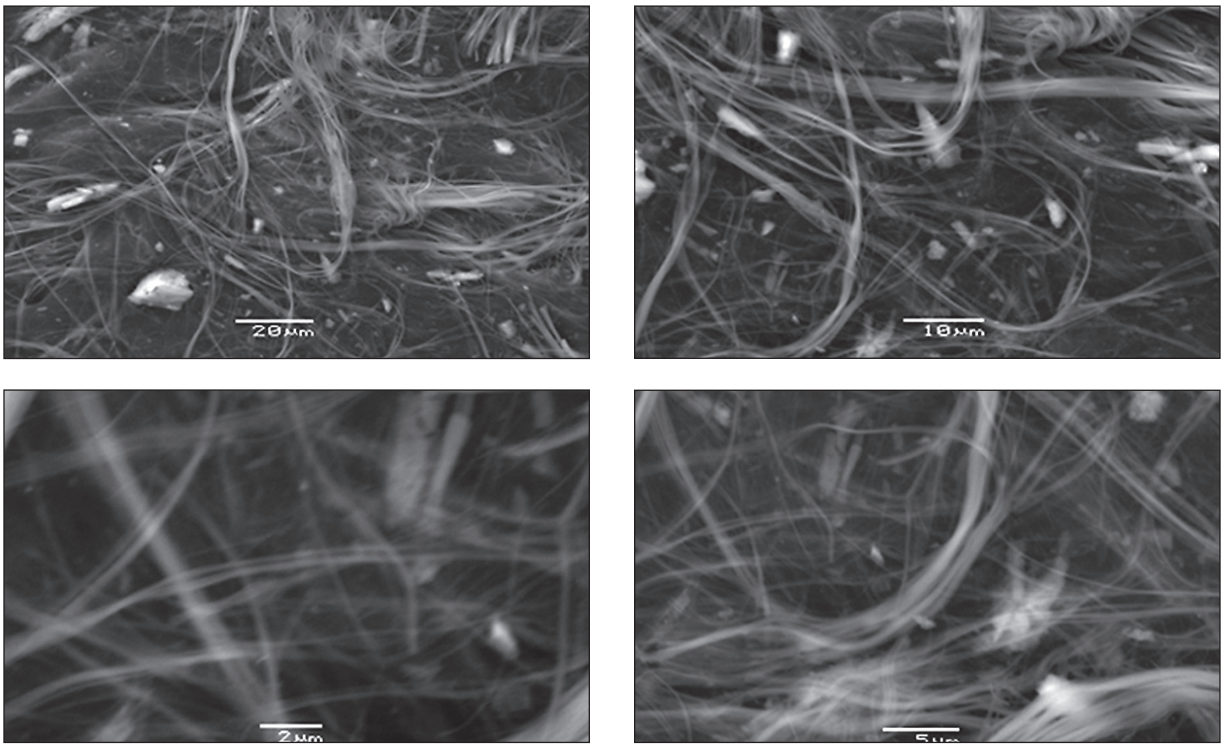


Fig. 7. **The End**

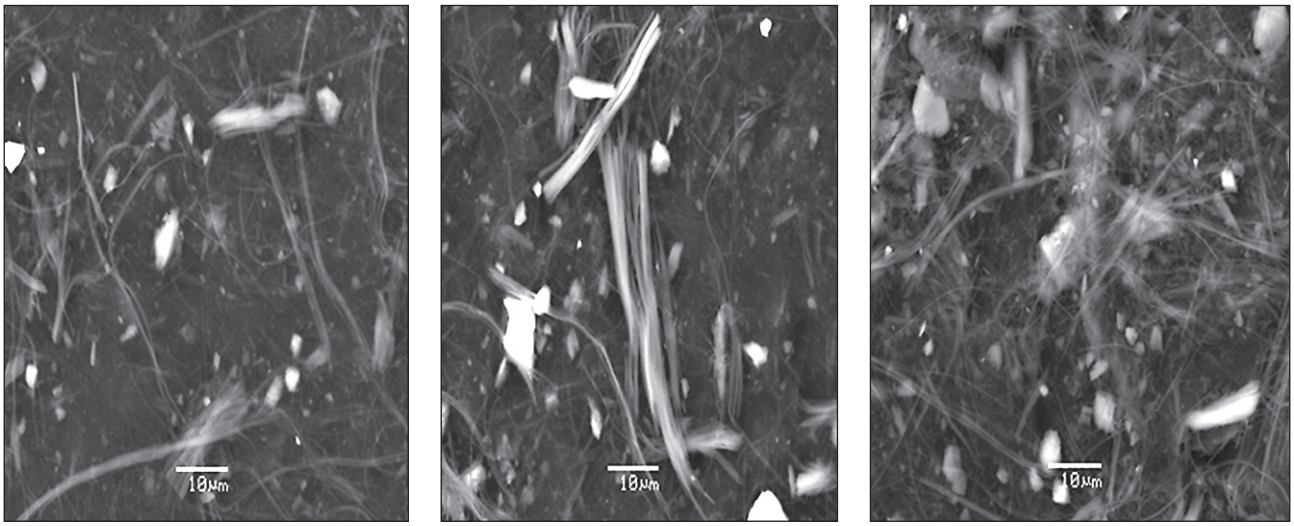


Fig. 8. **Microfibers and fiber bundles of chrysotile cement dust**

Table 4
The number of different particles in samples from chrysotile-cement dust and commercial chrysotile based on images of specimens from aqueous suspensions

No. of p.p.	Type and number of particles									
	Total	Fibrous							Granular	
		Together fibers and bundles		Separate fibers		Separate bundles				
	pcs.	pcs.	% absolute	pcs.	% relative to the sum of all particles	pcs.	% отн, от суммы		pcs.	% absolute
							all particles	fibers		
A/c										
1	799	332	45,6	327	41,0	37	4,6	10,2	435	54,4
A product										
2	867	482	55,6	424	48,9	58	6,7	12,0	385	44,4

Table 5
Distribution of length sizes of chrysotile fibers longer than 150 μm

Units of measurement	Number of fibers of different lengths					
Mkm	up to150	150–200	200–250	250–300	300–350	350–400
A/c						
%,absolute	95.7	0.9	2.5	0.6	0.9	–
%,total	95.7	96.6	99.1	99.7	100.0	–
A product						
%,absolute	95.4	1.2	1.7	0.6	0.3	0.2
%,total	95. 4	96.6	98.3	98.9	99.8	100.0

Table 6
Quantity and sizes of granular particles

Units of measurement	Number of particles of different sizes			
micrometer	from 1×1 to 2×2	from 3×3 to 6×10	from 10×18 to 15×15	from 20×30 to 100×120
A/c				
%,absolute	81	13	–	6
%,total	81	94	–	100
A product				
%,absolute	84	15	1	–
%,total	84	99	100	–

Table 7
Chemical composition of initial chrysotile and chrysotile exposed to hardened Portland cement

No. of p.p.	Chrysotile asbestos oxide content, absolute %						
	MgO	Al_2O_3	SiO_2	Fe_2O_3	CaO	CuO	SO_3
A/c							
1	39.54	0.43	43.04	1.41	15.01	–	0.57
A product							
2	45.25	0.73	48.58	3.85	0.89	0.1	–

Microfibers of commercial chrysotile and their bundles in chrysotile cement dust are presented in Fig. 7 and 8.

CONCLUSIONS

The study of the chemical composition of nanofibers and fiber bundles of chrysotile-cement dust in an acidic environment represents a significant contribution to understanding the effects of acidity on chrysotile-cement materials. The use of the Quanta 200 3D scanning ion-electron microscope and energy-dispersive analysis allowed for precise determination of changes in the quantitative and chemical composition of nanofibers and their bundles after exposure to an acidic environment and the hydration products of Portland cement.

The results show that exposure to an acidic environment leads to a decrease in the number of fiber aggregates and an increase in the number of nanofibers. This change may be due to the destruction of the cement matrix covering the chrysotile fibers, leading to the dispersion of parallel-fiber aggregates of chrysotile. Chemical analysis revealed an increase in the calcium oxide content on the surface of nanofibers and their bundles, which may result from its sorption from the solution during leaching from the hydration products of Portland cement.

Thus:

– it is shown, how fibers of initial commercial chrysotile extracted from dunite-harzburgite rocks of Bazhenov deposit and used at manufacture of chrysotile cement products behave.
– electron microscopic estimation of quality of initial commercial chrysotile fibers and their bundles in cement component and after their processing in medium with different acidity was carried out.

The received results will allow to use natural and technogenic raw materials in manufacture of filled composite materials.

REFERENCES

1. Zayed A.M., El-Khayatt A.M., Petrounias P., Shahien M.G., Mahmoud K.A., Rashad A.M., et al. From discarded waste to valuable products: Barite combination with chrysotile mine waste to produce radiation-shielding concrete. Constr Build Mater 2024;417:135334. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.135334

2. Shkarednaya S.A., Kaskevich T.M. Asbestos-containing products and building materials. 2005; 2:37 – 39.

3. Akylbekov Y., Shevko V., Karatayeva G. Thermodynamic prediction of the possibility of comprehensive processing chrysotile-asbestos waste. Case Stud Chem Environ Eng 2023;8:100488. https://doi.org/10.1016/j.cscee.2023.100488

4. Cai N., Wang K., Li N., Huang S., Xiao Q. Novel sandwich structured chrysotile fiber separator for advanced lithium-ion batteries. Appl Clay Sci 2019;183:105327. https://doi.org/10.1016/j.clay.2019.105327

5. Radvanec M., Tuček Ľ., Derco J., Čechovská K., Németh Z. Change of carcinogenic chrysotile fibers in the asbestos cement (eternit) to harmless waste by artificial carbonatization: Petrological and technological results. J Hazard Mater 2013;252–253:390–400. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.02.036

6. Gualtieri A.F., Bursi Gandolfi N., Pollastri S., Burghammer M., Tibaldi E., Belpoggi F., et al. New insights into the toxicity of mineral fibres: A combined in situ synchrotron μ-XRD and HR-TEM study of chrysotile, crocidolite, and erionite fibres found in the tissues of Sprague-Dawley rats. Toxicol Lett 2017;274:20–30. https://doi.org/10.1016/j.toxlet.2017.04.004

7. Wronkiewicz S.K., Roggli V.L., Hinrichs B.H., Kendler A., Butler R.A., Christensen B.C., et al. Chrysotile fibers in tissue adjacent to laryngeal squamous cell carcinoma in cases with a history of occupational asbestos exposure. Mod Pathol 2020;33:228–34. https://doi.org/10.1038/s41379-019-0332-7

8. Lemen R.A., Wagner G.R. Asbestos. Ref. Modul. Biomed. Sci., Elsevier; 2024. https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99967-0.00192-7

9. Kuhta T.N. Enhancing the durability of polymer coatings on asbestos-cement sheets using a water repellent. Construction Materials. 2010; 1: 58 – 60

10. Tan Y., Zou Z., Qu J., Ren J., Wu C., Xu Z. Mechanochemical conversion of chrysotile asbestos tailing into struvite for full elements utilization as citric-acid soluble fertilizer. J Clean Prod 2021;283:124637. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124637

11. Fedyuk R.S., Lesovik V.S., Liseitsev Yu.L., Timokhin R.A., Bituev A.V., Zayakhanov M.I., et al. Composite binders for concrete with increased impact resistance. Engineering and Construction Journal, 2019. 85. 28-38. https://doi.org/10.18720/MCE.85.3

12. Valouma A., Verganelaki A., Maravelaki-Kalaitzaki P., Gidarakos E. Chrysotile asbestos detoxification with a combined treatment of oxalic acid and silicates producing amorphous silica and biomaterial. J Hazard Mater 2016;305:164–70. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.11.036.

13. Klyuyev S.V., Klyuyev A.V., Sopin D.M., Netrebenko A.V., Kazlitin S.A. Heavy loaded floors based on fine-grained fiber concrete. Magazine of Civil Engineering. 2013;38(3):7–14.

14. Sambueva S.R., Batomunkueva Ts.D.D. Structural parameters of YBa2Cu3-xO6+y. Chemical Bulletin. 2024; 7 (1): 41 – 48. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-41-48

15. Nel A. Carbon nanotube pathogenicity conforms to a unified theory for mesothelioma causation by elongate materials and fibers. Environ Res 2023;230:114580. https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114580

16. Gualtieri A.F., Malferrari D., Di Giuseppe D., Scognamiglio V., Sala O., Gualtieri M.L., et al. There is plenty of asbestos at the bottom. The case of magnesite raw material contaminated with asbestos fibres. Sci Total Environ 2023;898:166275. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.166275

17. Peng Q., Dai Y., Liu K., Tang X., Zhou M., Zhang Y., et al. Outstanding catalytic performance of metal-free peroxymonosulfate activator: Important role of chrysotile. Sep Purif Technol 2022;287:120526. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.120526

18. Xing J., Peng Q., Zhong W., Zhang Y., Wang X., Liu K. Highly efficient activation of peroxymonosulfate by novel CuO-Chrysotile catalytic membrane for degradation of p-nitrophenol. J Water Process Eng 2023;51:103403. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.103403

19. Lyakishev V.K., Perfilyev M.S. Quantum model of anharmonic vibrations of a diatomic molecule with a variable force constant and a small value of the anharmonicity coefficient. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 22 – 31. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-22-31

20. Fantone S., Tossetta G., Cianfruglia L., Frontini A., Armeni T., Procopio A.D., et al. Mechanisms of action of mineral fibres in a placental syncytiotrophoblast model: An in vitro toxicology study. Chem Biol Interact 2024;390:110895. https://doi.org/10.1016/j.cbi.2024.110895

21. Fediuk R., Smoliakov A., Stoyushko N. Increase in composite binder activity. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., vol. 156, 2016. https://doi.org/10.1088/1757-899X/156/1/012042

22. Yoshida N., Saeki Y. Chrysotile fibers penetrate Escherichia coli cell membrane and cause cell bursting by sliding friction force on agar plates. J Biosci Bioeng 2004;97:162–8. https://doi.org/10.1016/S1389-1723(04)70186-3

23. Masoud M.A., El-Khayatt A.M., Mahmoud K.A., Rashad A.M., Shahien M.G., Bakhit B.R., et al. Valorization of hazardous chrysotile by H3BO3 incorporation to produce an innovative eco-friendly radiation shielding concrete: Implications on physico-mechanical, hydration, microstructural, and shielding properties. Cem Concr Compos 2023;141:105120. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2023.105120

24. Bernstein D.M., Toth B., Rogers R.A., Kunzendorf P., Phillips J.I., Schaudien D. Final results from a 90-day quantitative inhalation toxicology study evaluating the dose-response and fate in the lung and pleura of chrysotile-containing brake dust compared to TiO2, chrysotile, crocidolite or amosite asbestos: Histopathological examinat. Toxicol Appl Pharmacol 2021;424:115598. https://doi.org/10.1016/j.taap.2021.115598

25. Chagarova O.V., Milinsky A.Yu., Kositsyna O.A. Application of thermal methods for the analysis of organic matter content in urbanozems. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 32 – 40. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-32-40

26. Abbasi M., Hosseiny B., Stewart R.A., Kalantari M., Patorniti N., Mostafa S., et al. Multi-temporal change detection of asbestos roofing: A hybrid object-based deep learning framework with post-classification structure. Remote Sens Appl Soc Environ 2024;34:101167. https://doi.org/10.1016/j.rsase.2024.101167

27. Bernasconi A., Pellegrino L., Vergani F., Campanale F., Marian N.M., Galimberti L., et al. Recycling detoxified cement asbestos slates in the production of ceramic sanitary wares. Ceram Int 2023;49:1836–45. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.147

28. Saba M., Torres Gil L.K., Chanchí Golondrino G.E. Physicochemical analysis of primers and liquid membranes as asbestos' encapsulant. Constr Build Mater 2023;409:133972. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133972

29. Ranaivomanana H., Leklou N. Investigation of microstructural and mechanical properties of partially hydrated Asbestos-Free fiber cement waste (AFFC) based concretes: Experimental study and predictive modeling. Constr Build Mater 2021;277:121943. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121943

30. Punenkov S.E. Composites materials based on natural chrysotile fibers. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 4 – 21. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-4-21

31. Klyuyev S.V., Kashapov N.F., Radaykin O.V., Sabitov L.S., Klyuyev A.V., Shchekina N.A. Reliability coefficient for fibreconcrete material. Construction Materials and Products 2022;5:51–58. https://doi.org/10.34031/2618-7183-2022-5-2-51-58

32. Boffetta P., Righi L., Ciocan C., Pelucchi C., La Vecchia C., Romano C., et al. Validation of the diagnosis of mesothelioma and BAP1 protein expression in a cohort of asbestos textile workers from Northern Italy. Ann Oncol 2018;29:484–9. https://doi.org/10.1093/annonc/mdx762

33. Sabat M., Fares N., Mitri G., Kfoury A. Determination of asbestos cement rooftop surface composition using regression analysis and hyper-spectral reflectance data in the visible and near-infrared ranges. J Hazard Mater 2024;469:134006. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2024.134006

34. Klyuyev S.V., Guryanov Yu.V. External reinforcing of fiber concrete constructions by carbon fiber tapes. Magazine of Civil Engineering. 2013; 36(1):21–26.

35. Feletto E., Schonfeld S.J., Kovalevskiy E .V., Bukhtiyarov I.V., Kashanskiy S.V., Moissonnier M., et al. A comparison of parallel dust and fibre measurements of airborne chrysotile asbestos in a large mine and processing factories in the Russian Federation. Int J Hyg Environ Health 2017;220:857–68. https://doi.org/10.1016/j.ijheh.2017.04.001

36. Bridle J., Hoskins J. Canadian hypocrisy regarding chrysotile. Lancet 2011;377:720. https://doi.org/10.1016/S0140-6736(11)60271-7

37. Punenkov S.E., Kozlov Yu.S. Chrysotile asbestos and resource conservation in the chrysotile asbestos industry. Mining Journal of Kazakhstan. 2022; 1: 5 – 10.

38. Chaumba J.B., Mamuse A. Petrographic and mineral chemistry investigation of the high-grade chrysotile asbestos-bearing Zvishavane Ultramafic Complex, south central Zimbabwe. Geochemistry 2023;83:125950. https://doi.org/10.1016/j.chemer.2023.125950

39. Biondi J.C. Neoproterozoic Cana Brava chrysotile deposit (Goiás, Brazil): Geology and geochemistry of chrysotile vein formation. Lithos 2014;184–187:132–54. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2013.10.017

40. Kuznetsov D.V., Klyuev S.V., Ryazanov A.N., Sinitsin D.A., Pudovkin A.N., Kobeleva E.V., Nedoseko I.V. Dry mixes on gypsum and mixed bases in the construction of low-rise residential buildings using 3D printing technology. Construction Materials and Products. 2023. 6 (6). 5. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-6-5

41. Klyuev A.V., Kashapov N.F., Klyuev S.V., Lesovik R.V., Ageeva M.S., Fomina E.V. Development of alkali-activated binders based on technogenic fibrous materials. Construction Materials and Products. 2023; 6 (1): 60–73. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-1-60-73

42. Klyuev A.V., Kashapov N.F., Klyuev S.V., Zolotareva S.V., Shchekina N.A., Shorstova E.S., Lesovik R.V., Ayubov N.A. Experimental studies of the processes of structure formation of composite mixtures with technogenic mechanoactivated silica component. Construction Materials and Products. 2023; 6 (2):5 – 18. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-2-5-18

43. Hodel F., Macouin M., Triantafyllou A., Carlut J., Berger J., Rousse S., et al. Unusual massive magnetite veins and highly altered Cr-spinels as relics of a Cl-rich acidic hydrothermal event in Neoproterozoic serpentinites (Bou Azzer ophiolite, Anti-Atlas, Morocco). Precambrian Res 2017;300:151–67. https://doi.org/10.1016/j.precamres.2017.08.005

44. Naumova L.N. Influence of acidic environment on the properties of chrysotile-cement dust. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov 2011 ; 2 : 24-27.

45. Portella Y de M., Conceição R.V., Siqueira T.A., Gomes L.B., Iglesias R.S. Experimental evidence of pressure effects on spinel dissolution and peridotite serpentinization kinetics under shallow hydrothermal conditions. Geosci Front 2024;15:101763. https://doi.org/10.1016/j.gsf.2023.101763

46. Wang L., Xiong Q., Zheng J-P., Dai H-K., Tian L-R., Zhou X. Multistage and diverse melt-mantle interaction in dunite-harzburgite channel systems beneath oceanic slow-ultraslow spreading centers: Evidence from the Xigaze ophiolite (Tibet). Lithos 2024;468–469:107501. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2024.107501

47. Capitani G., Dalpiaz M., Vergani F., Campanale F., Conconi R., Odorizzi S. Recycling thermally deactivated asbestos cement in mortar: A possible route towards a rapid conclusion of the "asbestos problem." J Environ Manage 2024;355:120507. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.120507

48. Fitzgerald S.M. Resolving asbestos and ultrafine particulate definitions with carcinogenicity. Lung Cancer 2024:107478. https://doi.org/10.1016/j.lungcan.2024.107478

49. Jefferson I.F., Evstatiev D., Karastanev D., Mavlyanova N.G., Smalley I.J. Engineering geology of loess and loess-like deposits: a commentary on the Russian literature. Eng Geol 2003;68:333–51. https://doi.org/10.1016/S0013-7952(02)00236-3

50. Okrostsvaridze A., Chung S-L., Lin Y-C., Skhirtladze I. Geology and zircon U-Pb geochronology of the Mtkvari pyroclastic flow and evaluation of destructive processes affecting Vardzia rock-cut city, Georgia. Quat Int 2020;540:137–45. https://doi.org/10.1016/j.quaint.2019.03.026

51. Liu W., Wan B. Carbon flux from hydrothermal skarn ore deposits and its potential impact to the environment. Gondwana Res 2024;126:343–54. https://doi.org/10.1016/j.gr.2023.09.017

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Sergey V. Klyuyev – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Patrice Lumumba Peoples' Friendship University of Russia, Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, klyuyev@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0002-1995-6139

Lyudmila N. Naumova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, naymova_ln@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-4822-3767

Igor V. Nedoseko – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Ufa State Petroleum Technological University, Ufa, Russia, nedoseko1964@mail.ru, https://orcid.org/0000-0001-6360-6112

Alexander V. Klyuyev – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of "Theoretical Mechanics and Strength of Materials", Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, megastaryj@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0003-0845-8414

Elena S. Shorstova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of "Theoretical Mechanics and Strength of Materials", Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, Russia, kuzik_alena@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-4031-0989

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

The authors contributed equally to this article.

The authors declare no conflicts of interests.

The article was submitted 08.07.2024; approved after reviewing 07.08.2024; accepted for publication 14.08.2024.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ УЧЕНЫХ И СПЕЦИАЛИСТОВ

Научная статья
УДК 574.24
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-361-374

CC BY 4.0

Наноструктурные изменения составляющих хризотилцементной пыли под воздействием разной величины кислотности среды и времени экспозиции

Сергей Васильевич Клюев[1, 2*], Людмила Николаевна Наумова[2], Игорь Вадимович Недосеко[3], Александр Васильевич Клюев[2], Елена Степановна Шорстова[2]

[1] Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы, Москва, Россия
[2] Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия
[3] Уфимский государственный нефтяной технический университет, Уфа, Россия

* Автор, ответственный за переписку: e-mail: klyuyev@yandex.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. В статье рассматривается вопрос модифицирования исходного хризотилового волокна и их пучков под действием продуктов гидратации портландцемента и различной величины кислотности обрабатываемой среды. Приведено краткое обоснование актуальности темы исследования. Отмечено, что в последние годы большой научный и практический интерес вызывают вопросы производства композиционных материалов на основе природного и техногенного сырья, являющиеся перспективным направлением современной экономики. Доступность и низкая стоимость сырья, малые энергетические, транспортные и накладные расходы, снижающие себестоимость композитов, и, вместе с тем, высокие договорные цены и спрос на внутреннем и внешнем рынках создают предпосылки для увеличения объемов их производства. Целью работы является изучение поведения исходных волокон хризотила и их агрегатов в составе цементной составляющей под воздействием разной кислотности обрабатываемой среды. **Задачи:** Электронно-микроскопическое изучение поведения составляющих хризотилцементной пыли, подвергшейся воздействию агрессивной среды. Подсчет количества числа и размерных характеристик нановолокон и частиц пыли под воздействием различного времени выдержки агрессивного фактора. Микродифракционные исследования наноструктуры исследуемых образцов после воздействия кислых сред. **Материалы и методы.** Приводятся используемые в работе материалы и их характеристики, в частности, хризотилцементная пыль, содержащая волокна товарного хризотила, кислотность среды, время выдержки, микро- и нановолокна, полученные после воздействия агрессивной среды. Образцы хризотилцементной пыли были отобраны на шиферном производстве №1 ОАО «БелАЦИ» и собраны в месте распиловки хризотилцементных изделий, прошли стадию диспергации с использованием центробежного сепаратора. В работе использована хризотилцементная пыль как обьект загрязнения окружающей среды и дальнейшего ее использования при производстве композиционных хризотилцементных изделий. **Результаты.** Представлены результаты исследований воздействия агрессивной среды на составляющие хризотилцементной пыли, их размерные характеристики и структурные наноизменения. Исследуемые пробы изучали в растровом ионно-электронном микроскопе при увеличении 200×, 500×, 5000×, 10000× и анализировали химический состав. **Обсуждение.** Приводятся результаты анализа полученных экспериментальных данных. Количественный состав волокон и агрегатов волокон в хризотилцементной пыли изменяется после ее экспозиции в кислой среде по сравнению с их количеством в исходной хризотилцементной пыли, а количество отдельных тонких волокон увеличивается, это объясняется тем, что в кислой среде происходит не только разрушение цементного камня, но и расщепление пучков волокон хризотила на микро- и нановолокна. **Выводы.** Электронно-микроскопические исследования исходных товарных волокон хризотила и их пучков в цементной пыли показали изменения их размерно-количественных характеристик, в том числе продуктов гидратации портландцемента под воздействием фактора агрессивности среды.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: Товарный хризотил, хризотилцементная пыль, микро- и нановолокна, продукты гидратации, кислотность среды, количественно-размерные характеристики.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке в рамках национального проекта «Наука и университет» по созданию новой лаборатории «Разработка, исследования и опытно-промышленная апробация наукоемких технологий и технических средств для производства полимерсодержащих композиционных смесей и изделий из техногенных органо-минеральных компонентов » (проект FZWN 2024-0002).
Работа выполнена с использованием оборудования Центра высоких технологий БГТУ им. В.Г. Шухова.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Клюев С.В., Наумова Л.Н., Недосеко И.В., Клюев А.В., Шорстова Е.С. Наноструктурные изменения составляющих хризотилцементной пыли под воздействием разной величины кислотности среды и времени экспозиции // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т. 16, № 4. С. 361–374. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-361-374. – EDN: IXRKHR.

© Клюев С.В., Наумова Л.Н., Недосеко И.В., Клюев А.В., Шорстова Е.С., 2024

ВВЕДЕНИЕ

Хризотил, ранее известный как асбест, является одним из наиболее распространенных минералов [1–3] в группе серпентиновых силикатов [4]. Он обладает уникальными физическими [5–8] и химическими свойствами [9–11], которые делают его ценным во многих промышленных приложениях. Хризотил состоит из волокон, которые могут быть тонкими и гибкими, а также обладает высокой тенсильной прочностью [12]. Химическая формула хризотила может быть представлена как $Mg_3(Si_2O_5)(OH)4Mg_3(Si_2O_5)(OH)_4$, что указывает на его магниево-силикатный состав с гидроксильными группами [13–15]. Благодаря своей прочности, устойчивости к высоким температурам и химической инертности, хризотил нашел широкое применение в строительстве, автомобилестроении и других отраслях. В природных условиях он образует три вида структур: поперечно-волокнистые, продольно-волокнистые и спутанно-волокнистые. Обычно встречаются волокна длиной от 2 до 5 мм [16], иногда – более длинные, до 20– 30 мм [17] и крайне редко – свыше 100 мм [18].

В промышленности хризотил ценится за его выдающуюся механическую прочность [19], низкую электропроводимость [20,21], термическую устойчивость [22] и отличные адсорбционные качества [23]. Длина волокон [24] играет ключевую роль в его промышленном применении. Около 60% добываемого хризотила находит свое применение в производстве хризотилцементных изделий, которые благодаря своим уникальным свойствам широко используются в строительной индустрии и других секторах. Хризотилцементные изделия включают в себя такие материалы, как кровельные и стеновые панели, трубы [25] для водоснабжения и канализации [26], а также различные виды плит и листов [27]. Эти изделия ценятся за их прочность [28], огнестойкость и долговечность [29], что делает их популярным выбором для многих строительных проектов [30, 31].

Вершина производства хризотила [32–34] была достигнута в 1977 году, когда общий объем производства составил приблизительно 5,5 миллионов тонн, из которых более 2,5 миллионов тонн приходилось на СССР [35], а более 1,5 миллиона тонн – на Канаду [36]. С 1980-х годов, в связи с экологическими

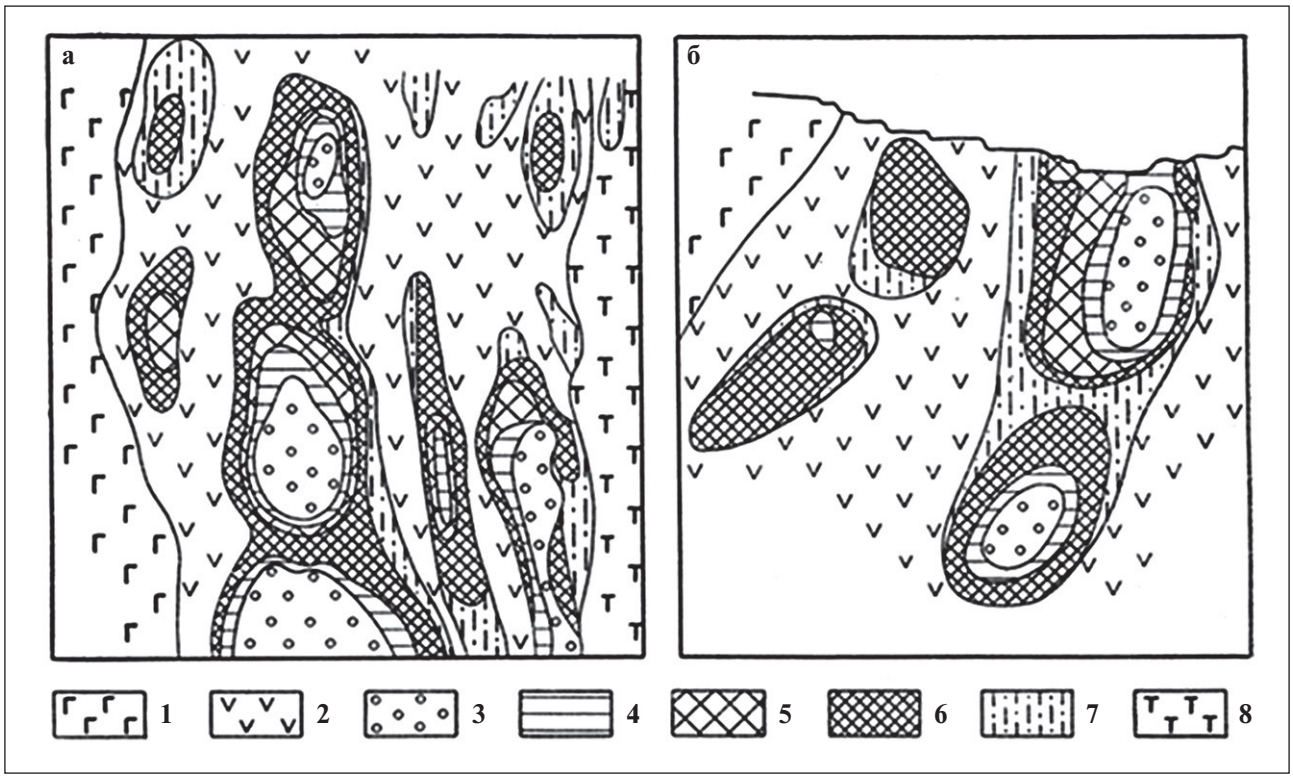


Рис. 1. **Схематическая геологическая карта (а) и поперечный разрез (б) одного из участков Баженовского месторождения хризотила. По В. Ф. Дыбкову и М. М. Трапезниковой:** 1 — габбро; 2 — серпентиниты; 3 — перидотиты; 4 — перидотиты с отороченными жилами хризотила; 5 — перидотиты и серпентиниты с асбестоносностью типа крупной сетки; 6 — серпентиниты с асбестоносностью типа мелкой сетки и «мелкопрожила»; 7 — серпентиниты с просечками хризотила; 8 — оталькованные серпентиниты

рисками, объемы производства хризотила начали уменьшаться, упав до 2 миллионов тонн к 1998 году [37]. Сегодня основными производителями хризотила являются Россия, Канада, Китай, Бразилия, Зимбабве [38], Казахстан и Южная Африка. Общие запасы асбеста оцениваются в районе 80 миллионов тонн, с долей хризотила, превышающей 95%.

Промышленные месторождения хризотила, известного также как белый асбест, часто образуются в результате гидротермальных и метаморфических процессов [39–41], которые оказывают значительное влияние на формирование и распределение этих минералов. Гидротермальные процессы представляют собой движение горячих водных растворов через трещины и поры земной коры, что приводит к изменению химического состава окружающих пород и образованию новых минералов. В случае хризотила эти процессы могут способствовать обогащению пород магнием, что является ключевым компонентом минерала. Метаморфические процессы включают преобразование минералов под воздействием высоких температур и давления, что также характерно для зон, где встречается хризотил. Эти процессы могут привести к серпентинизации ультраосновных пород, в результате чего образуются серпентиновые минералы, в том числе хризотил. Наиболее значимые промышленные залежи относят к апоультрамафитовому типу, включающему три подтипа: баженовский, лабинский и карачаевский.

Месторождения асбеста баженовского типа относятся к особой категории, которая характеризуется определенными геологическими и минералогическими особенностями. Эти месторождения обычно связаны с баженовской свитой, которая известна своими уникальными черными сланцами, богатыми органическим веществом. Асбест баженовского типа может содержать различные формы асбестовых минералов, включая хризотил и амфиболы. Уникальность данных месторождений заключается в их концентрической зональной структуре, которая определяется широким спектром асбестовых формаций, варьирующихся от тонких слоев до одиночных и комплексных жил с обрамлением. Отличительной чертой этих залежей является их концентрическая зональность, обусловленная разнообразием асбестовых проявлений, от тонких прослоек до простых и сложных обрамленных жил. Такая структура свидетельствует о многоуровневом и сложном характере процессов, которые привели к их образованию, включая как геологические, так и гидротермальные воздействия. Это придает баженовским месторождениям особую ценность не только в контексте добычи асбеста, но и с точки зрения понимания геологической эволюции региона (рис. 2).

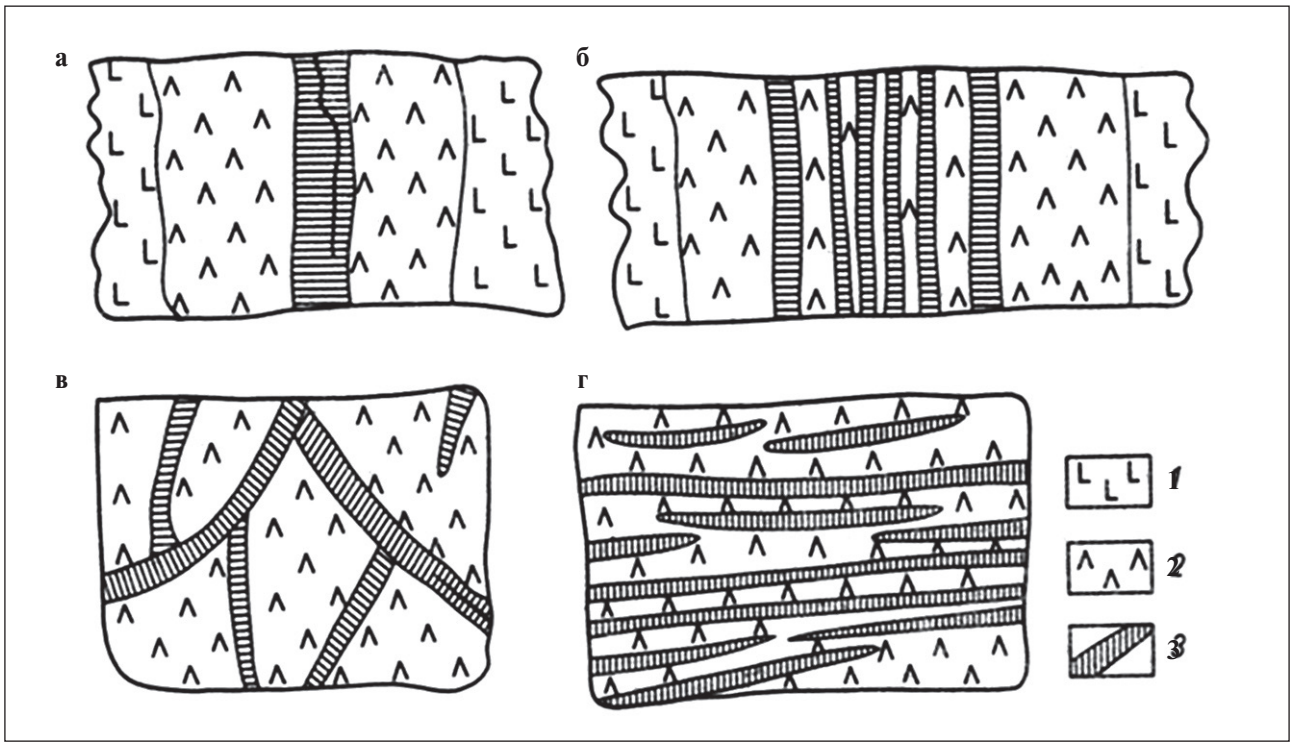


Рис. 2. **Типы жилкования хризотил-асбеста (текстуры):** а – простая отороченная жила, в центре жилы видна просечка; б – сложная отороченная жила; в – руда типа мелкой сетки; г – руда мелкопрожильная.
1 – гарцбургит, 2 – серпентинит, 3 – жилки хризотила

Основные жилы асбеста, богатые чистым хризотилом с поперечно-волокнистой структурой [42], играют ключевую роль в асбестовых месторождениях. Они встречаются в окружении массивных серпентинитов [43], за которыми следуют зоны с серпентинизированными ультрамафитами [44], прогрессирующими к слабо серпентинизированным перидотитам [45] или дунитам [46]. Эти основные жилы могут включать волокна асбеста, достигающие в длину до 60 мм, что считается значительным размером для асбестовых волокон [47].

Более сложные жилы характеризуются наличием множества параллельных асбестовых прожилков, разделенных твердым серпентинитом. Несмотря на то, что волокна в этих жилах более короткие, общий процент содержания хризотила может достигать 10%. Области, известные как «крупные сети», содержат короткие и хаотично расположенные прожилки хризотила, разделенные участками гипербазита. На окраинах месторождений находится «мелкая сеть» в полностью серпентинизированных областях основной породы [48].

Петрографические характеристики гипербазитов, включая их минералогический состав и текстуру, играют решающую роль в процессах серпентинизации. Эти процессы, протекающие в недрах Земли, приводят к преобразованию первичных магматических минералов в серпентиновые ассоциации, что существенно влияет на содержание асбеста в этих породах.

Гарцбургиты – это разновидность ультрамафитовых пород, которые часто ассоциируются с высоким содержанием асбеста. Это связано с их особым минеральным составом и условиями образования, которые способствуют формированию асбестовых минералов, таких как хризотил. В гарцбургитах, подвергшихся серпентинизации, асбестовые минералы могут образовываться в виде длинных волокон, что делает их экономически ценными.

Образование хризотил-асбеста в серпентинизированных ультрамафитах – это процесс, который привлекает внимание геологов и экологов из-за его значимости для промышленности и воздействия на окружающую среду. Хризотил-асбест, наиболее распространенный тип асбеста, образуется в результате серпентинизации, когда первичные магматические минералы, такие как оливин и пироксен, преобразуются в серпентиновые минералы под воздействием воды и давления. Эти процессы не только приводят к образованию хризотил-асбеста, но и изменяют физические и химические свойства исходной породы, делая ее менее плотной и более проницаемой.

Лабинские месторождения формируются в особых геологических условиях, характеризующихся высокой степенью серпентинизации ультрамафитов, что приводит к образованию значительных запасов хризотил-асбеста. Эти месторождения обладают разнообразным минералогическим составом, включая серпентиновые минералы, магнезит, тальк и другие ассоциированные минералы, что свидетельствует о сложных процессах их формирования. Месторождения лабинского подтипа отличаются наличием жил хризотила с поперечно-волокнистой структурой, которые могут простираться на большие расстояния [49].

Карачаевские месторождения, как и многие другие типы асбестовых месторождений, обладают рядом уникальных геологических характеристик. Одной из таких особенностей являются продольно-волокнистые жилы. Продольно-волокнистая структура жил указывает на то, что они образовались в условиях, где геологические силы действовали в определенном направлении на протяжении значительного времени. Эти жилы часто богаты асбестовыми минералами, в частности хризотилом, который является наиболее распространенным типом асбеста и широко используется в промышленности [50].

Скарновые месторождения, такие как Аспогашское в России, а также их аналоги в США и Китае, являются контактово-метасоматическими и связаны с серпентинизацией в доломитовых известняках и доломитах. Асбест скарновых месторождений отличается поперечно-волокнистой структурой и особенно низким содержанием железа, что делает его особенно ценным для электротехнической промышленности благодаря высокой чистоте и диэлектрическим свойствам материала [51].

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Исследование химического состава составляющих хризотилцементной пыли является важным аспектом для понимания их воздействия на окружающую среду и здоровье человека. Растровый ионно-электронный микроскоп Quanta 200 3D, который упомянули, действительно представляет собой мощный инструмент для таких исследований. Он позволяет не только визуализировать микрообъекты, но и анализировать их химический состав с высокой точностью благодаря энергодисперсионному анализу.

Энергодисперсионный анализ (ЭДА) или рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) использует характеристическое рентгеновское излучение, возбуждаемое в образце под воздействием электронного пучка, для определения элементного состава. Это позволяет идентифицировать и количественно оценить присутствие различных элементов в образце.

Система ионного фокусированного пучка Magnum и микроманипулятор OmniProbe 100.7 обеспечивают возможность выделения и приго-

товления тонких фольг из конкретных участков образца, что необходимо для просвечивающей электронной микроскопии. Это позволяет получать более детальную информацию о структуре и составе материала.

Система локального нанесения вольфрама из газовой фазы «W deposition» и интегрированная система Pegasus 2000 для микроанализа с рентгеновским детектором Sapphire расширяют возможности микроскопа, позволяя проводить более сложные исследования, включая определение разориентировок зерен методом дифракции обратно-рассеянных электронов.

Две разновидности спектрометров применяются для исследования спектральных особенностей в рамках РСМА: один без использования кристалла и другой с кристаллическим анализатором. Эти устройства обеспечивают высокую точность в определении состава элементов в образцах, что критически важно для изучения характеристик пыли из хризотилцемента и оценки ее влияния.

Пыль хризотилцемента, задействованная в исследовании, была получена с производственной линии первого шиферного завода компании «БелАЦИ». Сбор пыли происходил во время процесса распиливания изделий из хризотилцемента, после чего она подвергалась диспергированию с использованием центробежного сепаратора. Для хранения образца использовалась полиэтиленовая тара с самозатягивающимся затвором.

В эксперименте для анализа влияния кислотности на структуру исходных товарных волокон хризотилцементной пыли применялись растворы с различным уровнем pH: 3, 4 и 6. Процедура включала помещение 1 грамма пыли в пробирку с последующим добавлением 20 мл раствора HCl. Растворы готовились путем разбавления 60 мл дистиллированной воды с 10 мл 0,1M HCl для достижения pH 3, 5 мл для pH 4 и 2,5 мл для pH 6. Образцы выдерживали в этих средах в течение 2 часов, суток, трех дней и недели при 30°C. После этого проводилась промывка водой и анализ образцов в растровом ионно-электронном микроскопе при увеличениях 200×, 500×, 5000× и 10000× для изучения их химического состава.

РЕЗУЛЬТАТЫ

На основе полученных снимков, сделанных с помощью электронного микроскопа, осуществлялся визуальный анализ для определения количества

Таблица 1

Количественный состав исходных товарных волокон и их агрегатов в хризотилцементной пыли

№№ п.п.	Количество волокнистых частиц в асбестоцементной пыли при визуальном подсчете в электронном микроскопе, шт.								
	Агрегатов волокон					Волокон			
	Время выдержки в кислой среде	Увеличение				Увеличение			
		200^{x}	500^{x}	5000^{x}	10 000^{x}	200^{x}	500^{x}	5000^{x}	10 000^{x}
Исходная хризотилцементная пыль (дисперсный порошок)									
1	–	5	5	4	5	11	7	6	7
Исходная хризотилцементная пыль в кислой среде (PH = 3)									
1	2 часа	2	2	2	7	8	7	5	5
2	1 сутки	–	–	1	3	5	8	8	8
3	3 суток	–	2	1	–	9	13	60	80
4	1 неделя	–	1	–	2	5	15	90	100
Исходная хризотилцементная пыль в кислой среде (PH = 4)									
1	2 часа	1	2	2	1	6	19	40	180
2	1 сутки	–	1	1	–	4	16	80	150
3	3 суток	–	1	2	–	15	15	50	100
4	1 неделя	–	1	1	–	8	10	90	100
Исходная хризотилцементная пыль в кислой среде (PH = 6)									
1	2 часа	–	1	1	–	7	9	30	150
2	1 сутки	2	1	1	1	15	13	50	60
3	3 суток	1	–	–	–	12	16	50	70
4	1 неделя	–	–	–	1	9	20	150	100

* – подсчет волокон осуществляли при использовании 10 фотографий на каждый образец

отдельных волокон и их скоплений. Данные представлены в табл. 1.

Изучение данных, представленных в табл. 1, показало, что после воздействия кислотной среды количество агрегатов волокон в хризотилцементной пыли сокращается на **20–40 единиц**, в то время как число отдельных тонких волокон возрастает на **10–900 единиц**. Это изменение количества волокон и агрегатов обусловлено разрушением цементной матрицы, окружающей волокна хризотила, что приводит к дезинтеграции параллельно-волокнистых агрегатов хризотила в кислой среде.

Химический состав волокон, как исходной хризотилцементной пыли, так и образцов, подвергшихся воздействию кислоты в течение 2 часов, 1 суток, 3 суток и 1 недели при уровнях pH 3, 4 и 6 и температуре 30°C, детализирован в табл. 2.

ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование химического состава хризотилцементной пыли, подвергшейся воздействию кислоты, позволяет заключить, что происходит повышение уровня оксида кальция (CaO) на поверхности микроволокон. Это явление обусловлено адсорбцией CaO из раствора, который вымывается из гидратационных продуктов портландцемента в процессе выщелачивания.

Электронно-микроскопические снимки и микродифракционные картины волокнистой составляющей цементной пыли при различных PH среды представлены, соответственно, на рис. 3–6.

Микроволокна товарного хризотила и их пучков в хризотилцементной пыли представлены на рис. 7 и 8.

ВЫВОДЫ

Исследование химического состава нановолокон и пучков волокон хризотилцементной пыли в кислой среде представляет собой важный вклад в понимание воздействия кислотности на хризотилцементные материалы. Использование растрового ионно-электронного микроскопа Quanta 200 3D и энергодисперсионного анализа позволило точно определить изменения в количественном и химическом составе нановолокон и их пучков после выдержки в кислой среде, а также под воздействием продуктов гидратации портландцемента.

Из результатов видно, что экспозиция в кислой среде приводит к уменьшению количества агрегатов волокон и увеличению количества нановолокон. Это изменение может быть связано с разрушением цементного камня, который покрывает волокна хризотила, что приводит к распушке параллельно-волокнистых агрегатов хризотила. Химический ана-

Таблица 2

Химический состав хризотилцементной пыли и после ее экспозиции в кислой среде

№	Кислотность среды	Время экспозиции	Содержание оксидов,масс.%						
			MgO	SiO_2	SO_3	K_2O	CaO	Fe_2O_3	NiO
1	Исходная асбестоцементная пыль (порошок)		22,71	33,3	2,34	0,59	38,1	2,96	–
2	PH = 3	2 часа	19,85	33,88	1,57	0,57	41,47	2,66	–
3		1 сутки							–
4		3 суток	13,79	29,77	2,12	0,55	49,65	4,12	–
5		1 неделя	21,30	35,00	1,93	0,63	38,11	3,03	–
6	PH = 4	2 часа	22,66	34,28	1,98	0,54	38,08	2,46	–
7		1 сутки	23,27	34,75	2,24	0,53	36,12	3,1	–
8		3 суток	19,71	35,33	2,3	0,44	39,52	2,71	–
9		1 неделя	14,57	29,6	2,47	0,51	49,19	3,65	–
10	PH = 6	2 часа	20,30	31,07	2,80	0,64	41,83	3,36	–
11		1 сутки	8,96	25,35	2,54	–	55,45	7,03	0,66
12		3 суток	26,47	36,05	1,5	–	33,81	2,17	–
13		1 неделя	11,12	30,16	2,75	–	51,99	3,99	–

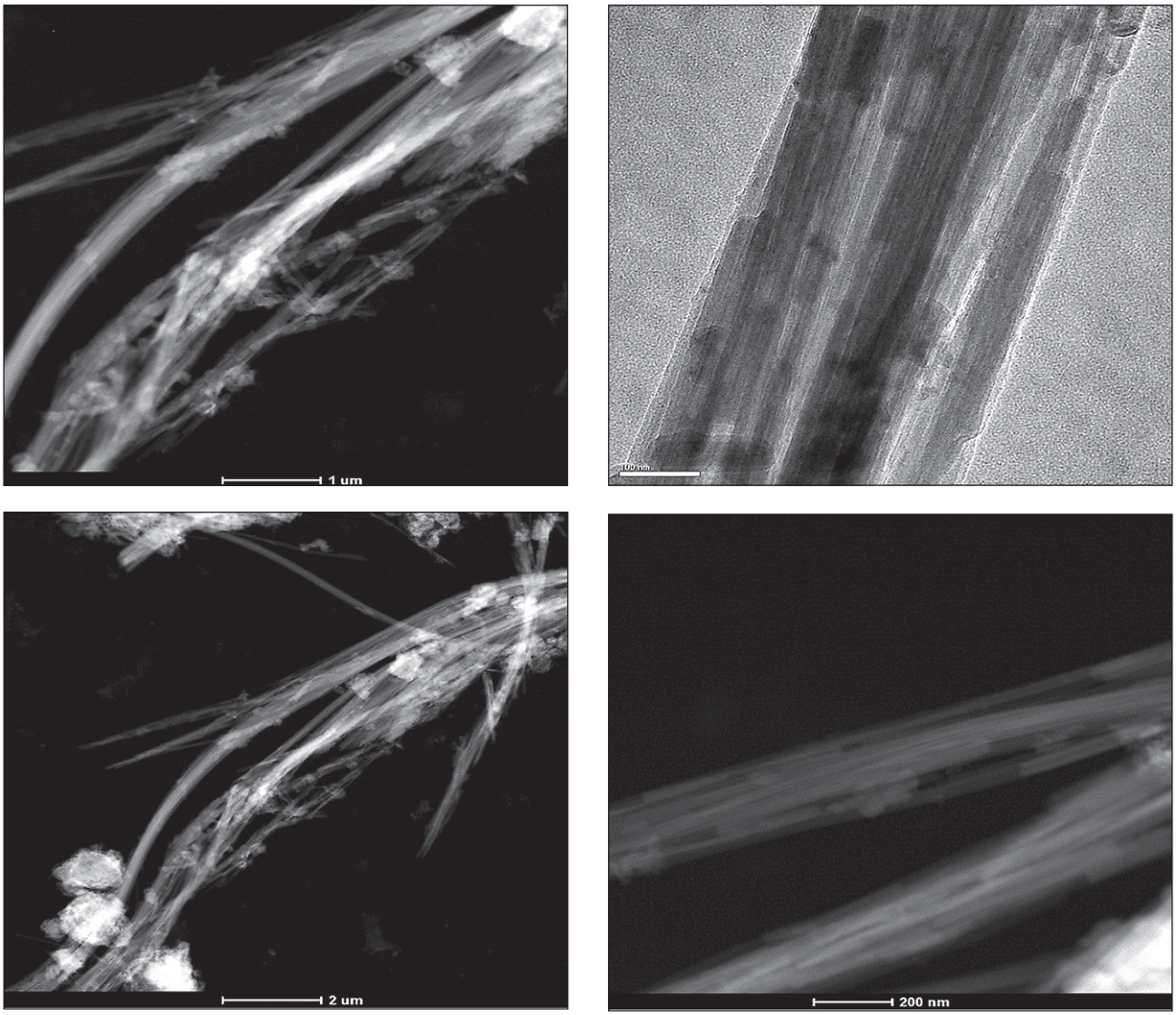


Рис. 3. **Микро- и нановолокна хризотила в образцах хризотилцементной пыли после ее выдержки в кислой среде при PH = 4 в течение 2 часов**

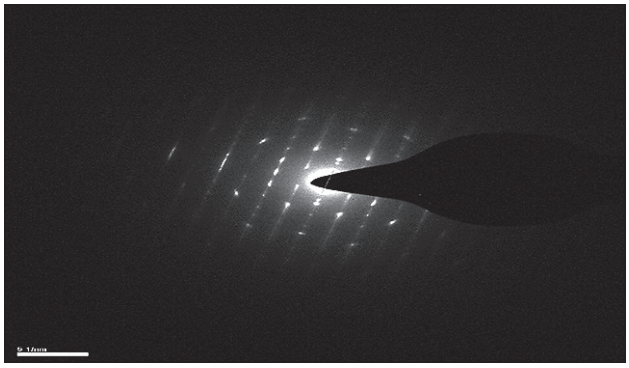


Рис. 4. **Микродифракционная картина нановолокон хризотилцементной пыли, выдержанной в кислой среде при PH = 4 в течение 2 часов**

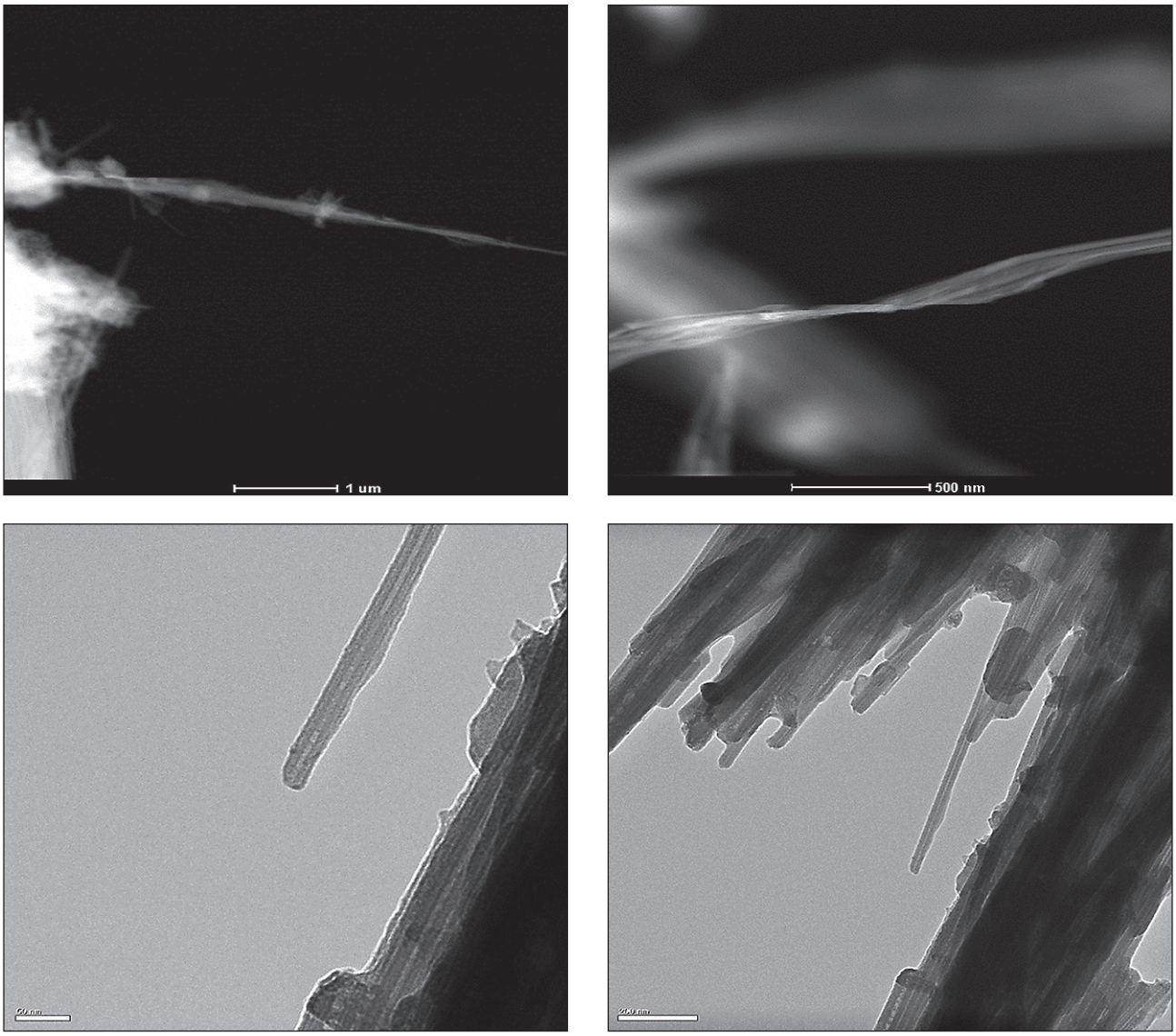


Рис. 5. **Микро- и нановолокна хризотила в образцах хризотилцементной пыли после ее выдержки в кислой среде при PH = 4 в течение 1 недели**

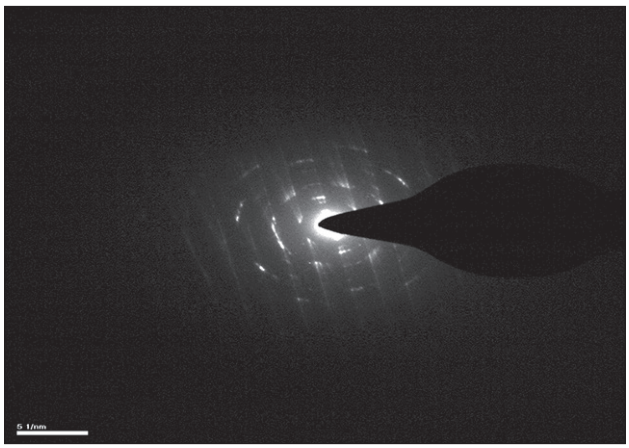


Рис. 6. **Микродифракционная картина нановолокон хризотилцементной пыли, выдержанной в кислой среде при PH = 4 в течение 1 недели**

Таблица 3

Химический состав хризотилцементной пыли после выдержки в кислой среде по данным энергодисперсионного микроанализа

№	Кислотность среды	Время экспозиции	Содержание оксидов, масс.%			
			MgO	SiO_2	CaO	Fe_2O_3
1	PH = 4	2 часа	19,82	33,75	3,18	
2		1 неделя	5,67	46,06	4,79	0,39

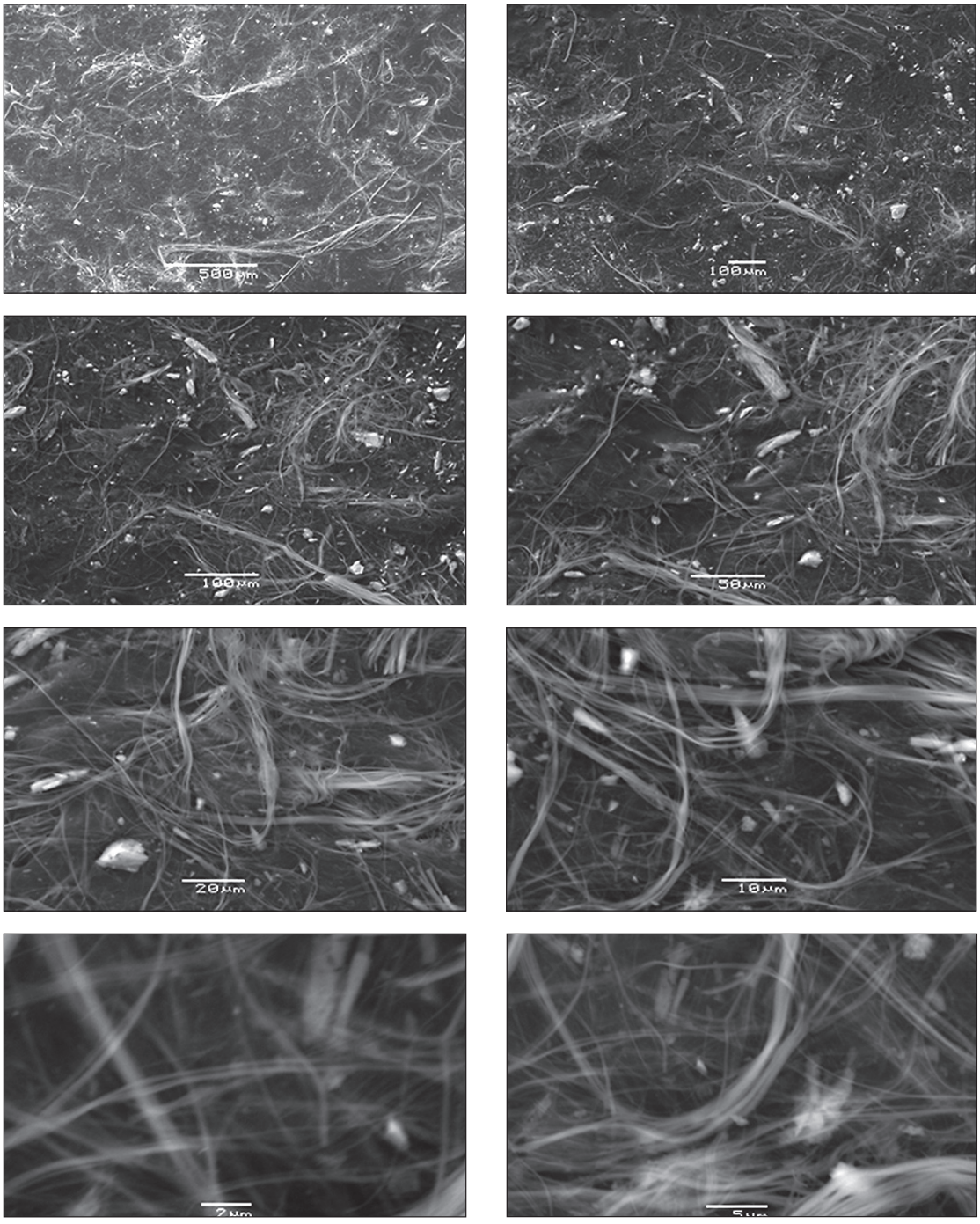


Рис. 7. **Микроволокна и пучки волокон товарного хризотила в хризотилцементной пыли**

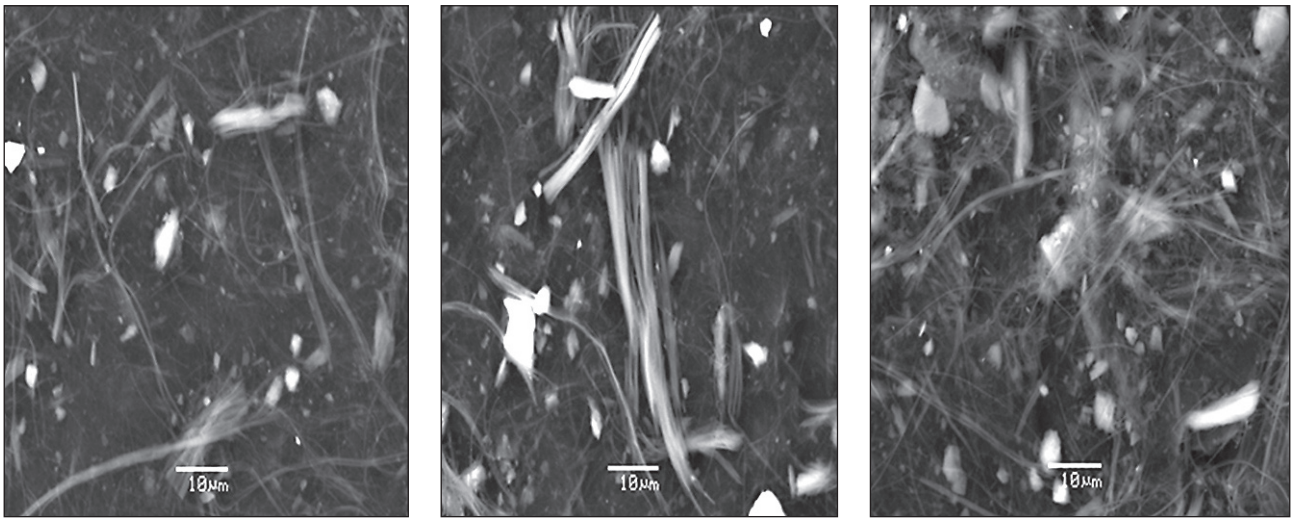


Рис. 8. **Микроволокна и пучки волокон хризотилцементной пыли**

Таблица 4

Количество различных частиц в пробах из пыли хризотилцемента и товарного хризотила по снимкам препаратов из водной суспензии

№№ п.п.	Вид и количество частиц									
	Всего	Волокнистых							Зернистых	
		Вместе волокон и пучков		Отдельно волокон		Отдельно пучков				
	шт.	шт.	% абс	шт.	% отн. от суммы всех частиц	шт.	% отн, от суммы		шт.	% абс.
							всех частиц	волокон		
А/ц										
1	799	332	45,6	327	41,0	37	4,6	10,2	435	54,4
А тов.										
2	867	482	55,6	424	48,9	58	6,7	12,0	385	44,4

Таблица 5

Распределение по длине размеров хризотиловых волокон более 150 мкм

Единицы измерения	Количество волокон различной длины					
Мкм	До 150	150–200	200–250	250–300	300–350	350–400
А а/ц						
%, абс	95,7	0,9	2,5	0,6	0,9	-
%, сум	95,7	96,6	99,1	99,7	100,0	-
А тов						
%, абс	95,4	1,2	1,7	0,6	0,3	0,2
%, сум	95, 4	96,6	98,3	98,9	99,8	100,0

Таблица 6
Количество и размеры зернистых частиц

Единицы измерения	Количество частиц разных размеров			
мкм	от 1×1 до 2×2	от 3×3 до 6×10	от 10×18 до 15×15	от 20×30 до 100×120
А а/ц				
%, абс.	81	13	–	6
%, сум.	81	94	–	100
А тов				
%, абс	84	15	1	–
%, сум.	84	99	100	–

Таблица 7
Химический состав исходного товарного хризотила и подвергнутого воздействию затвердевшего портландцемента

№ п.п.	Содержание оксидов хризотил-асбеста, абс. %						
	MgO	Al_2O_3	SiO_2	Fe_2O_3	CaO	CuO	SO_3
А а/ц							
1	39,54	0,43	43,04	1,41	15,01	–	0,57
А тов							
2	45,25	0,73	48,58	3,85	0,89	0,1	–

лиз показал увеличение содержания оксида кальция на поверхности нановолокон и их пучков, что может быть результатом его сорбции из раствора при выщелачивании из продуктов гидратации портландцемента.

Таким образом:

– показано, как ведут себя волокна исходного товарного хризотила, добываемого из дунит-гарцбургитовых пород Баженовского месторождения и используемых при производстве хризотилцементных изделий.
– проведена электронномикроскопическая оценка качества исходных товарных волокон хризотила и их пучков в цементной составляющей и после их обработки в среде с разной кислотностью.

Полученные результаты позволят использовать природное и техногенное сырье в производстве наполненных композиционных материалов.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Zayed A.M., El-Khayatt A.M., Petrounias P., Shahien M.G., Mahmoud K.A., Rashad A.M., et al. From discarded waste to valuable products: Barite combination with chrysotile mine waste to produce radiation-shielding concrete. Constr Build Mater 2024;417:135334. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.135334

2. Шкаредная С.А., Каскевич Т.М. Асбестосодержащие изделия и строительные материалы // Горногеологический журнал. 2005. № 2. С. 37–39.

3. Akylbekov Y., Shevko V., Karatayeva G. Thermodynamic prediction of the possibility of comprehensive processing chrysotile-asbestos waste. Case Stud Chem Environ Eng 2023;8:100488. https://doi.org/10.1016/j.cscee.2023.100488

4. Cai N., Wang K., Li N., Huang S., Xiao Q. Novel sandwich structured chrysotile fiber separator for advanced lithium-ion batteries. Appl Clay Sci 2019;183:105327. https://doi.org/10.1016/j.clay.2019.105327

5. Radvanec M., Tuček Ľ., Derco J., Čechovská K., Németh Z. Change of carcinogenic chrysotile fibers in the asbestos cement (eternit) to harmless waste by artificial carbonatization: Petrological and technological results. J Hazard Mater 2013;252–253:390–400. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.02.036

6. Gualtieri A.F., Bursi Gandolfi N., Pollastri S., Burghammer M., Tibaldi E., Belpoggi F., et al. New insights into the toxicity of mineral fibres: A combined in situ synchrotron μ-XRD and HR-TEM study of chrysotile, crocidolite, and erionite fibres found in the tissues of Sprague-Dawley rats. Toxicol Lett 2017;274:20–30. https://doi.org/10.1016/j.toxlet.2017.04.004

7. Wronkiewicz S.K., Roggli V.L., Hinrichs B.H., Kendler A., Butler R.A., Christensen B.C., et al. Chrysotile fibers in tissue adjacent to laryngeal squamous cell carcinoma in cases with a history of occupational asbestos exposure. Mod Pathol 2020;33:228–34. https://doi.org/10.1038/s41379-019-0332-7

8. Lemen R.A., Wagner G.R. Asbestos. Ref. Modul. Biomed. Sci., Elsevier; 2024. https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99967-0.00192-7

9. Кухта Т.Н. Повышение долговечности полимерного покрытия асбестоцементных листов при использовании гидрофобизатора // Строительные материалы. 2010. № 1. С. 58–60.

10. Tan Y., Zou Z., Qu J., Ren J., Wu C., Xu Z. Mechanochemical conversion of chrysotile asbestos tailing into struvite for full elements utilization as citric-acid soluble fertilizer. J Clean Prod 2021;283:124637. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124637

11. Федюк Р.С., Лесовик В.С., Лисейцев Ю.Л., Тимохин Р.А., Битуев А. В., Заяханов М.И. и др. Композитные вяжущие для бетонов с повышенной ударопрочностью. Инженерно- строительный журнал. 2019. 85. 28-38. https://doi.org/10.18720/MCE.85.3

12. Valouma A., Verganelaki A., Maravelaki-Kalaitzaki P., Gidarakos E. Chrysotile asbestos detoxification with a combined treatment of oxalic acid and silicates producing amorphous silica and biomaterial. J Hazard Mater 2016;305:164–70. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.11.036.

13. Klyuyev S.V., Klyuyev A.V., Sopin D.M., Netrebenko A.V., Kazlitin S.A. Heavy loaded floors based on fine-grained fiber concrete. Magazine of Civil Engineering. 2013;38(3):7–14.

14. Sambueva S.R., Batomunkueva Ts.D.D. Structural parameters of YBa2Cu3-xO6+y. Chemical Bulletin. 2024; 7 (1): 41 – 48. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-41-48

15. Nel A. Carbon nanotube pathogenicity conforms to a unified theory for mesothelioma causation by elongate materials and fibers. Environ Res 2023;230:114580. https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114580

16. Gualtieri A.F., Malferrari D., Di Giuseppe D., Scognamiglio V., Sala O., Gualtieri M.L., et al. There is plenty of asbestos at the bottom. The case of magnesite raw material contaminated with asbestos fibres. Sci Total Environ 2023;898:166275. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.166275

17. Peng Q., Dai Y., Liu K., Tang X., Zhou M., Zhang Y., et al. Outstanding catalytic performance of metal-free peroxymonosulfate activator: Important role of chrysotile. Sep Purif Technol 2022;287:120526. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.120526

18. Xing J., Peng Q., Zhong W., Zhang Y., Wang X., Liu K. Highly efficient activation of peroxymonosulfate by novel CuO-Chrysotile catalytic membrane for degradation of p-nitrophenol. J Water Process Eng 2023;51:103403. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.103403

19. Lyakishev V.K., Perfilyev M.S. Quantum model of anharmonic vibrations of a diatomic molecule with a variable force constant and a small value of the anharmonicity coefficient. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 22 – 31. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-22-31

20. Fantone S., Tossetta G., Cianfruglia L., Frontini A., Armeni T., Procopio A.D., et al. Mechanisms of action of mineral fibres in a placental syncytiotrophoblast model: An in vitro toxicology study. Chem Biol Interact 2024;390:110895. https://doi.org/10.1016/j.cbi.2024.110895

21. Fediuk R., Smoliakov A., Stoyushko N. Increase in composite binder activity. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., vol. 156, 2016. https://doi.org/10.1088/1757-899X/156/1/012042

22. Yoshida N., Saeki Y. Chrysotile fibers penetrate Escherichia coli cell membrane and cause cell bursting by sliding friction force on agar plates. J Biosci Bioeng 2004;97:162–8. https://doi.org/10.1016/S1389-1723(04)70186-3

23. Masoud M.A., El-Khayatt A.M., Mahmoud K.A., Rashad A.M., Shahien M.G., Bakhit B.R., et al. Valorization of hazardous chrysotile by H3BO3 incorporation to produce an innovative eco-friendly radiation shielding concrete: Implications on physico-mechanical, hydration, microstructural, and shielding properties. Cem Concr Compos 2023;141:105120. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2023.105120

24. Bernstein D.M., Toth B., Rogers R.A., Kunzendorf P., Phillips J.I., Schaudien D. Final results from a 90-day quantitative inhalation toxicology study evaluating the dose-response and fate in the lung and pleura of chrysotile-

containing brake dust compared to TiO_2, chrysotile, crocidolite or amosite asbestos: Histopathological examinat. Toxicol Appl Pharmacol 2021;424:115598. https://doi.org/10.1016/j.taap.2021.115598

25. Chagarova O.V., Milinsky A.Yu., Kositsyna O.A. Application of thermal methods for the analysis of organic matter content in urbanozems. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 32 – 40. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-32-40

26. Abbasi M., Hosseiny B., Stewart R.A., Kalantari M., Patorniti N., Mostafa S., et al. Multi-temporal change detection of asbestos roofing: A hybrid object-based deep learning framework with post-classification structure. Remote Sens Appl Soc Environ 2024;34:101167. https://doi.org/10.1016/j.rsase.2024.101167

27. Bernasconi A., Pellegrino L., Vergani F., Campanale F., Marian N.M., Galimberti L., et al. Recycling detoxified cement asbestos slates in the production of ceramic sanitary wares. Ceram Int 2023;49:1836–45. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.147

28. Saba M., Torres Gil L.K., Chanchí Golondrino G.E. Physicochemical analysis of primers and liquid membranes as asbestos' encapsulant. Constr Build Mater 2023;409:133972. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133972

29. Ranaivomanana H., Leklou N. Investigation of microstructural and mechanical properties of partially hydrated Asbestos-Free fiber cement waste (AFFC) based concretes: Experimental study and predictive modeling. Constr Build Mater 2021;277:121943. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121943

30. Punenkov S.E. Composites materials based on natural chrysotile fibers. Chemical Bulletin. 2024. 7 (1). P. 4 – 21. https://doi.org/10.58224/2619-0575-2024-7-1-4-21

31. Klyuyev S.V., Kashapov N.F., Radaykin O.V., Sabitov L.S., Klyuyev A.V., Shchekina N.A. Reliability coefficient for fibreconcrete material. Construction Materials and Products 2022;5:51–58. https://doi.org/10.34031/2618-7183-2022-5-2-51-58

32. Boffetta P., Righi L., Ciocan C., Pelucchi C., La Vecchia C., Romano C., et al. Validation of the diagnosis of mesothelioma and BAP1 protein expression in a cohort of asbestos textile workers from Northern Italy. Ann Oncol 2018;29:484–9. https://doi.org/10.1093/annonc/mdx762

33. Sabat M., Fares N., Mitri G., Kfoury A. Determination of asbestos cement rooftop surface composition using regression analysis and hyper-spectral reflectance data in the visible and near-infrared ranges. J Hazard Mater 2024;469:134006. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2024.134006

34. Klyuyev S.V., Guryanov Yu.V. External reinforcing of fiber concrete constructions by carbon fiber tapes. Magazine of Civil Engineering. 2013; 36(1):21–26.

35. Feletto E., Schonfeld S.J., Kovalevskiy E.V., Bukhtiyarov I.V., Kashanskiy S.V., Moissonnier M., et al. A comparison of parallel dust and fibre measurements of airborne chrysotile asbestos in a large mine and processing factories in the Russian Federation. Int J Hyg Environ Health 2017;220:857–68. https://doi.org/10.1016/j.ijheh.2017.04.001

36. Bridle J., Hoskins J. Canadian hypocrisy regarding chrysotile. Lancet 2011;377:720. https://doi.org/10.1016/S0140-6736(11)60271-7

37. Пуненков С.Е., Козлов Ю.С. Хризотил-асбест и ресурсосбережение в хризотил-асбестовой отрасли // Горный журнал Казахстана. 2022. № 1. С. 5–10.

38. Chaumba J.B., Mamuse A. Petrographic and mineral chemistry investigation of the high-grade chrysotile asbestos-bearing Zvishavane Ultramafic Complex, south central Zimbabwe. Geochemistry 2023;83:125950. https://doi.org/10.1016/j.chemer.2023.125950

39. Biondi J.C. Neoproterozoic Cana Brava chrysotile deposit (Goiás, Brazil): Geology and geochemistry of chrysotile vein formation. Lithos 2014;184–187:132–54. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2013.10.017

40. Kuznetsov D.V., Klyuev S.V., Ryazanov A.N., Sinitsin D.A., Pudovkin A.N., Kobeleva E.V., Nedoseko I.V. Dry mixes on gypsum and mixed bases in the construction of low-rise residential buildings using 3D printing technology. Construction Materials and Products. 2023. 6 (6). 5. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-6-5

41. Klyuev A.V., Kashapov N.F., Klyuev S.V., Lesovik R.V., Ageeva M.S., Fomina E.V. Development of alkali-activated binders based on technogenic fibrous materials. Construction Materials and Products. 2023; 6 (1): 60–73. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-1-60-73

42. Klyuev A.V., Kashapov N.F., Klyuev S.V., Zolotareva S.V., Shchekina N.A., Shorstova E.S., Lesovik R.V., Ayubov N.A. Experimental studies of the processes of structure formation of composite mixtures with technogenic mechanoactivated silica component. Construction Materials and Products. 2023; 6 (2):5 – 18. https://doi.org/10.58224/2618-7183-2023-6-2-5-18

43. Hodel F., Macouin M., Triantafyllou A., Carlut J., Berger J., Rousse S., et al. Unusual massive magnetite veins and highly altered Cr-spinels as relics of a Cl-rich acidic hydrothermal event in Neoproterozoic serpentinites (Bou Azzer ophiolite, Anti-Atlas, Morocco). Precambrian Res 2017;300:151–67. https://doi.org/10.1016/j.precamres.2017.08.005

44. Наумова Л.Н. Влияние кислой среды на свойства хризотил-цементной пыли // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2011. № 2. С. 24–27.

45. Portella Y de M., Conceição R.V., Siqueira T.A., Gomes L.B., Iglesias R.S. Experimental evidence of pressure effects on spinel dissolution and peridotite serpentinization kinetics under shallow hydrothermal conditions. Geosci Front 2024;15:101763. https://doi.org/10.1016/j.gsf.2023.101763

46. Wang L., Xiong Q., Zheng J-P., Dai H-K., Tian L-R., Zhou X. Multistage and diverse melt-mantle interaction in dunite-harzburgite channel systems beneath oceanic slow-ultraslow spreading centers: Evidence from the Xigaze ophiolite (Tibet). Lithos 2024;468–469:107501. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2024.107501

47. Capitani G., Dalpiaz M., Vergani F., Campanale F., Conconi R., Odorizzi S. Recycling thermally deactivated asbestos cement in mortar: A possible route towards a rapid conclusion of the "asbestos problem." J Environ Manage 2024;355:120507. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.120507

48. Fitzgerald S.M. Resolving asbestos and ultrafine particulate definitions with carcinogenicity. Lung Cancer 2024:107478. https://doi.org/10.1016/j.lungcan.2024.107478

49. Jefferson I.F., Evstatiev D., Karastanev D., Mavlyanova N.G., Smalley I.J. Engineering geology of loess and loess-like deposits: a commentary on the Russian literature. Eng Geol 2003;68:333–51. https://doi.org/10.1016/S0013-7952(02)00236-3

50. Okrostsvaridze A., Chung S-L., Lin Y-C., Skhirtladze I. Geology and zircon U-Pb geochronology of the Mtkvari pyroclastic flow and evaluation of destructive processes affecting Vardzia rock-cut city, Georgia. Quat Int 2020;540:137–45. https://doi.org/10.1016/j.quaint.2019.03.026

51. Liu W., Wan B. Carbon flux from hydrothermal skarn ore deposits and its potential impact to the environment. Gondwana Res 2024;126:343–54. https://doi.org/10.1016/j.gr.2023.09.017

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Клюев Сергей Васильевич – доктор технических наук, профессор, Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы, Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, klyuyev@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0002-1995-6139

Наумова Людмила Николаевна – кандидат технических наук, доцент Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, naymova_ln@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-4822-3767

Недосеко Игорь Вадимович – доктор технических наук, профессор, Уфимский государственный нефтяной технический университет, Уфа, Россия, nedoseko1964@mail.ru, https://orcid.org/0000-0001-6360-6112

Клюев Александр Васильевич – кандидат технических наук, доцент кафедры «Теоретическая механика и сопротивление материалов», Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, megastaryj@yandex.ru, https://orcid.org/0000-0003-0845-8414

Шорстова Елена Степановна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Теоретическая механика и сопротивление материалов», Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова, Белгород, Россия, kuzik_alena@mail.ru, https://orcid.org/0000-0003-4031-0989

ВКЛАД АВТОРОВ

Авторы внесли равный вклад в эту статью.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 08.07.2024; одобрена после рецензирования 09.08.2024; принята к публикации 14.08.2024.

THE RESULTS OF THE SPECIALISTS' AND SCIENTISTS' RESEARCHES

Review article
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-375-382

CC BY 4.0

Structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system

Yulia V. Sokolova[1]*, Maria A. Frolova[1], Arkady M. Ayzenshtadt[1], Evgeny V. Korolev[2]

[1] Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Arkhangelsk, Russia
[2] St. Petersburg State University of Architecture and Civil Engineering, St. Petersburg, Russia

* Corresponding author: e-mail: yu.sokolova@narfu.ru

ABSTRACT

Introduction. Clay soil is a multiphase, multicomponent aluminosilicate dispersed system with specific properties determined not only by its composition but also by the formation of coagulative and transition contacts (binds) between the soil particles. One of the methods of changing soil properties is the introduction of active mineral additives that promote the formation of phase contacts (binds) between soil particles as a result of the pozzolanic reaction. The effectiveness of using carbide sludge, which is a multi-tonnage lime-containing waste (the content of active calcium oxide reaches 56%) as an additive, has been proved. However, to date, the proposed mechanism of interaction in the «clay soil – carbide sludge» system is based only on the literature data and has not been experimentally verified. **The purpose of this research** is to study the mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system. **Methods and materials.** A soil model has been created by mixing saponite-containing material with sand, which corresponds to the composition and properties of sandy loam. The carbide sludge in the form of a suspension was selected from the sludge collector, dried to a constant mass and sieved. Microstructural analysis, differential thermal analysis (DTA), and X-ray phase analysis were used to study the mechanism of structure formation. **Results and discussions.** Based the results of the differential thermal analysis, there is a decrease in the intensity of the endothermic effect in the range of 460 to 470°C associated with the decomposition of calcium hydroxide in the treated sample. Additionally, an endothermic effect is observed at 750°C, which indicating the decomposition of calcium silicate hydrate. The results of differential thermal analysis are confirmed by X-ray phase analysis, which shows the presence of tobermorite group hydrosilicates in the reaction medium. The study of the microstructure of the analyzed mixtures revealed a decrease in the specific volume of pores with a diameter of 4–5 nm in the modified clay soil. This is associated with gelling from particles of new hydrate formations. Besides that, the volume of pores with a diameter of more than 6 nm increased, which indicates the process of contraction. **Conclusion.** The mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» system has been established.

KEYWORDS: dispersed system; clay soil; active mineral additive; carbide sludge; structure formation; phase contacts.

ACKNOWLEDGMENTS: Experimental studies were conducted using a unique scientific facility «Physical Chemistry of the Surface of Nanodispersed Systems» and equipment based on the Shared Research Facility «Arctic» in NArFU named after M.V. Lomonosov with financial support from the Russian Science Foundation (grant 23-13-20013).

FOR CITATION:
Sokolova Yu.V., Frolova M.A., Ayzenshtadt A.M., Korolev E.V. Structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system. *Nanotechnologies in Construction.* 2024; 16(4): 375–382. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-375-382. – EDN: HXVOGO.

INTRODUCTION

An analysis of the condition of regional and local roads in the Northern Part of the European Russia, in particular, in the Arkhangelsk region, showed that more than 50% of these roads do not meet regulatory requirements [1]. The lack of well-developed, stable and safe transport system hinders the socio-economic, historical and cultural development of the region in question, which is included in the list of priority geostrategic territories of the Russian Federation. One of the possible causes of road damage is the weak roadbase, which is composed of clay-based soils that are prevalent in the northern and Arctic territories. These soils include sandy loams, clay loams, and clays, with inclusions of gravel, pebbles, and boulders [2].

© Sokolova Yu.V., Frolova M.A., Ayzenshtadt A.M., Korolev E.V., 2024

Clay soil is a classic subject for colloidal chemistry both theoretically and practically, which is explained by the clarity and convenience of studying the nature of the interaction of nano- and microparticles using clay dispersions as an example, as well as its wide application in various sectors of human economic activities [3–13]. The soil is a multiphase multicomponent aluminosilicate polydisperse system consisting of solid, liquid and gaseous components that can act both as a dispersed phase and a dispersion medium. In addition, the soil is a capillary-porous body in which the solid frame and pore system are continuous, which meets the main characteristic of the dispersion medium. The solid component of clay soil is composed of various minerals, among these, the presence of clay minerals (up to 20%) gives specific physico-chemical properties characteristic to the soil as a colloidal system: weak water resistance (soaking, high hydrophilicity, ability to swell and shrink), heaving properties, stickiness, plasticity, cation-exchange capacity, thixotropy and increased adsorption capacity [14–18]. This is due to the particle size distribution and structural characteristics of clay rocks. They have a small particle size, typically ranging from 1 to 100 microns, and a highly developed specific surface area (from 100 m²/kg for sandy loams and clay loams to 100,000 m²/kg for clays) [19]. Clay minerals have a layered structure with a rigid or sliding crystal structure in which two two-dimensional tetrahedral silica-oxygen grids surround two-dimensional octahedral alumohydroxyl grids on both sides [20].

In addition, coagulative and transition contacts have a significant effect on the properties of clay soils. These contacts form between mineral particles due to long-range molecular, magnetic, electrostatic and valence forces and are characterized by low strength and reversible nature of destruction [19]. The mechanism of formation of point (transition) contacts in clay dispersed systems related to the phenomenon of «self-assembly», which occurs due to the redistribution of nanoparticles and crystallization of water-soluble salts within the contact gap, which leads to an increase in the area of interaction between the particles [21]. Less often, high-strength phase contacts form between clay particles due to an increase in the contact area (crystallization) or the development of a new phase at the contact (cementation). This contributes to the improvement of the physico-chemical and physico-mechanical characteristics of clay soils [19].

It is known that one of the most effective and widely used methods for creating phase contacts between mineral particles of clay soils is the introduction of substances called active mineral additives [22–27]. Various industrial waste can be used as additives: pulverized fuel ash, hydraulic removal ash, sewage sludge combustion ash, granulated blast furnace slag, cement and lime dust, dolomite lime, ceramic waste, rice husk ash, waste paper, phosphogypsum and palm oil production ash. These materials are characterized by a high content of calcium hydroxide, which enters into chemical interaction (pozzolanic reaction) with active siliceous and aluminous components of the soil to form cementing compounds or gels – calcium silicate hydrate (CSH) according to scheme 1. Additionally, calcium aluminate hydrate (CAH) and calcium aluminosilicate (CASH) may also form.

$$6SiO_2+5Ca(OH)_2 \rightarrow 5CaO\times6SiO_2\times5H_2O. \quad (1)$$

In [28–30], the effectiveness of using carbide sludge as an active additive was proved. This is a multi-tonnage lime-containing waste, formed annually in amounts ranging from about 18 to 70 million liters as a result of quenching calcium carbide in the production of acetylene. The introduction of carbide sludge into the clay soil in an amount of up to 9% from the soil mass on dried basis increases the strength, water resistance and frost resistance of the soil. Besides that, the study of the particle size distribution and mineral composition showed that clay soils are characterized by the pozzolanic activity, which is the ability of active clay components in the soil to interact with calcium hydroxide [31]. However, to date, the proposed mechanism of interaction in the «clay soil – carbide sludge» system is based only on the literature data and has not been experimentally verified.

Thus, the purpose of this research is to study the mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system.

METHODS AND MATERIALS

Materials

Due to the remoteness and inaccessibility of the northern and Arctic territories, as well as due to the restriction of economic activity in some territories, a model system of clay soil was created based on bibliographic and archival research by mixing the clay component and sand in a ratio of 1:6, respectively. We selected the river polymineral sand from the «Krasnoflotsky-Zapad» deposit with a fineness modulus of $M_f = 1.1$. Saponite-containing material was used as a clay component, which is a multi-tonnage waste (up to one million tons per year) of industrial enrichment of kimberlite ores from the diamond deposit named after M.V. Lomonosov. The developed soil model according to the mineral composition, particle size distribution and physical properties presented in [31] corresponded to sandy loams as one of the characteristic types of the soils in the Northern part of the European Russia.

The carbide sludge was collected in the form of a suspension from the sludge collector at the Carbide and Ferroalloy Plant, in Inta town (Komi). It was then dried to

Table 1
Chemical composition of the carbide sludge

Component	$Ca(OH)_2$	Fe_2O_3	$CaCO_3$	$CaSO_4$	SiO_2	Al_2O_3
Content, %	79.6	0.2	14.9	1.0	3.0	1.3

Table 2
Characteristics of the carbide sludge

Property	The aggregate state	Hazard class	Humidity, %	Activity level (content of active CaO), %
Value	Other dispersed systems	4	91.40	56

a constant mass at a temperature of 60±5°C and sieved to eliminate conglomerates that formed during the drying process. The chemical composition and characteristics of the carbide sludge are presented in the Tables 1 and 2 respectively, Based on the fact that clay minerals are the most active component of clay soils, we decided to exclude sand from the model system to study the mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system. We then focused on the interaction between «saponite-containing material – carbide sludge».

Methods

Initially, two groups of samples were created:

1) The dry initial components: saponite-containing material S_1, carbide sludge CS_1 and a mixture of saponite-containing material and carbide sludge $(S–CS)_1$;

2) The dry initial components were mixed with water (5% of the dry mixture weight, which corresponds to optimal conditions of structure formation [30]), dry-rodded and hardened under normal conditions (at a temperature of 20±2°C and relative humidity 95±5%) for 28 days: saponite-containing material S_2, carbide sludge CS_2 and a mixture of saponite-containing material and carbide sludge $(S–CS)_2$.

The rational ratio of components in the S–CS mixture for groups 1 and 2 of the samples was assumed to be the same, and it was 7:1, respectively [31].

To study the mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system, a set of scientific research methods were used, including microstructural, differential thermal and X-ray phase analysis.

The microstructural features of the samples were examined using scanning electron microscopy (SEM) with a Carl Zeiss Sigma VP scanning electron microscope (Carl Zeiss, Germany). The morphometric parameters of the microstructure (specific adsorption surface area and porosity) were determined by the sorption method on an Autosorb-iQ-MP analyzer (Quantachrome instruments, USA) and calculated using the Brunauer–Emmett–Teller (BET) method.

The amount of reduction in the relative pore volume was calculated using the formula:

$$-\Delta P = \frac{P_2 - P_1}{P_1} \cdot 100\ \%, \quad (2)$$

where P_2 – the pore volume in the sample of the group 2, cm^3/g; P_1 – the pore volume in the sample of the group 1, cm^3/g.

The "–" sign indicates a decrease in the relative pore volume.

Differential thermal analysis (DTA) was performed on a thermal analyzer Discovery SDT 650 (TA Instruments, USA) in alumina crucibles in a nitrogen atmosphere (consumption 50 ml/min) at a heating rate of 10°C/min.

X-ray phase analysis was performed on a Shimadzu XRD-7000 S X-ray diffractometer (Shimadzu, Japan) on a standard holder, with a rotation of 30 rpm. Operating parameters of the X-ray tube: accelerating voltage 40 kV, current 30 mA, target material – Cu. The scanning range at an angle of 2θ is from 10 to 150°, the scanning speed is 2 deg/min, the measurement pitch is 0.02°. Similarity matching was carried out using the PDF-2 database (Powder Diffraction File™ PDF-2 Release 2010, International Centre for Diffraction Data), taking into account the elemental composition of the sample.

RESULTS AND DISCUSSION

The results of the specific adsorption surface area, presented in Table 3, indicate that the values of this parameter for the samples from the group 2 are lower than those for the samples from the group 1. This difference can be attributed to the different manufacturing processes. However, the additivity law is not followed for either group of samples, confirming the structure formation in the S–CS system.

Table 3
Specific adsorption surface area of the samples

Sample	S_1	S_2	CS_1	CS_2	$(S–CS)_1$	$(S–CS)_2$
Specific surface area, m^2/kg	41 255	18 530	7609	1328	21 933	8870

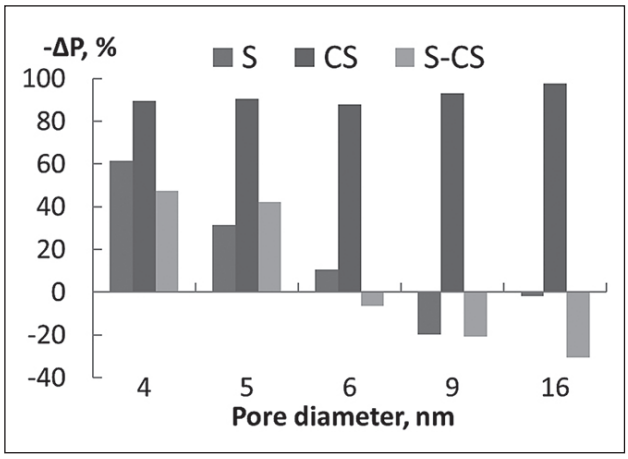


Fig. 1. **Dependence of the decrease in the relative volume of pores on their diameter for the samples:** S – saponite-containing material; CS – carbide sludge; S–CS – modified clay soil

An analysis of the morphometric features of the microstructure of the samples (Figure 1) showed that the specific volume of pores with a diameter greater than 9 nm increased in the saponite-containing material (S samples). This is due to the formation of reversible coagulative and transition contacts (binds) between clay particles facilitated by a thin equilibrium liquid film up to several tens of nanometers in thickness, which is partially removed in a degassing at a temperature of 100°C. In the carbide sludge (CS samples), the specific volume of pores with a diameter greater than 4 nm decreased due to compaction of the mixture during sample forming and the physicochemical processes of structure formation during carbonate hardening. In the modified clay soil (S–CS samples), the specific volume of pores with a diameter of 4–5 nm decreased, which is associated with gelling from particles of new hydrate formations, and the volume of pores with a diameter of more than 6 nm increased, which, in our opinion, indicates the process of contraction.

According to the results of the differential thermal analysis (Figure 2), the thermogram 3 ($(S–CS)_2$ sample) shows a decrease in the intensity of the endothermic effect in the range of 460 to 470°C, which is associated with the decomposition of calcium hydroxide. This indicates that the carbide sludge is interacting with the active components of the saponite-containing material. In addition, there is an endothermic effect at 750°C, characteristic of the decomposition of calcium silicate hydrate (CSH).

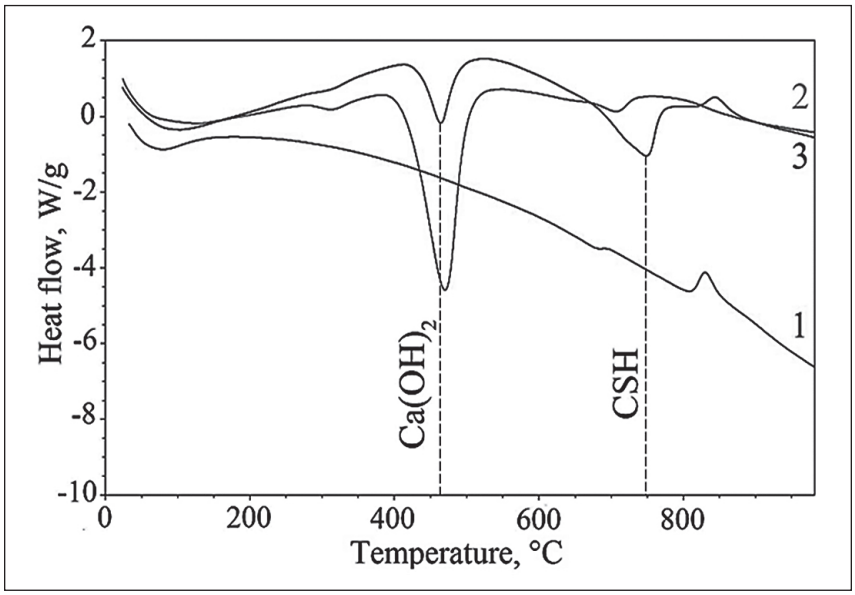


Fig. 2. **Differential thermal analysis (DTA) for the group 2 of the samples:** 1 – saponite-containing material (S_2); 2 – carbide sludge (CS_2); 3 – a mixture of the saponite-containing material and the carbide sludge $(S–CS)_2$; CSH – calcium silicate hydrate

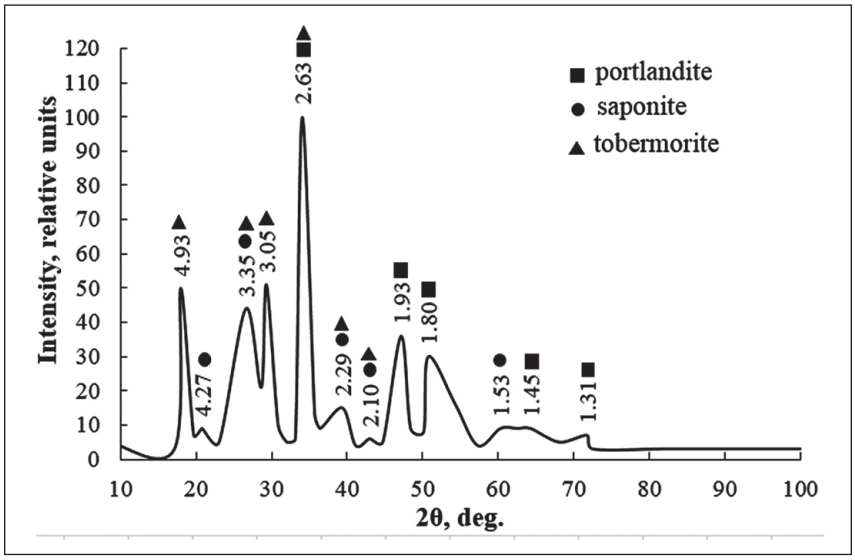


Fig. 3. **X-ray photograph of the sample from the group 2 from a mixture of saponite-containing material and carbide sludge (S–CS)$_2$**

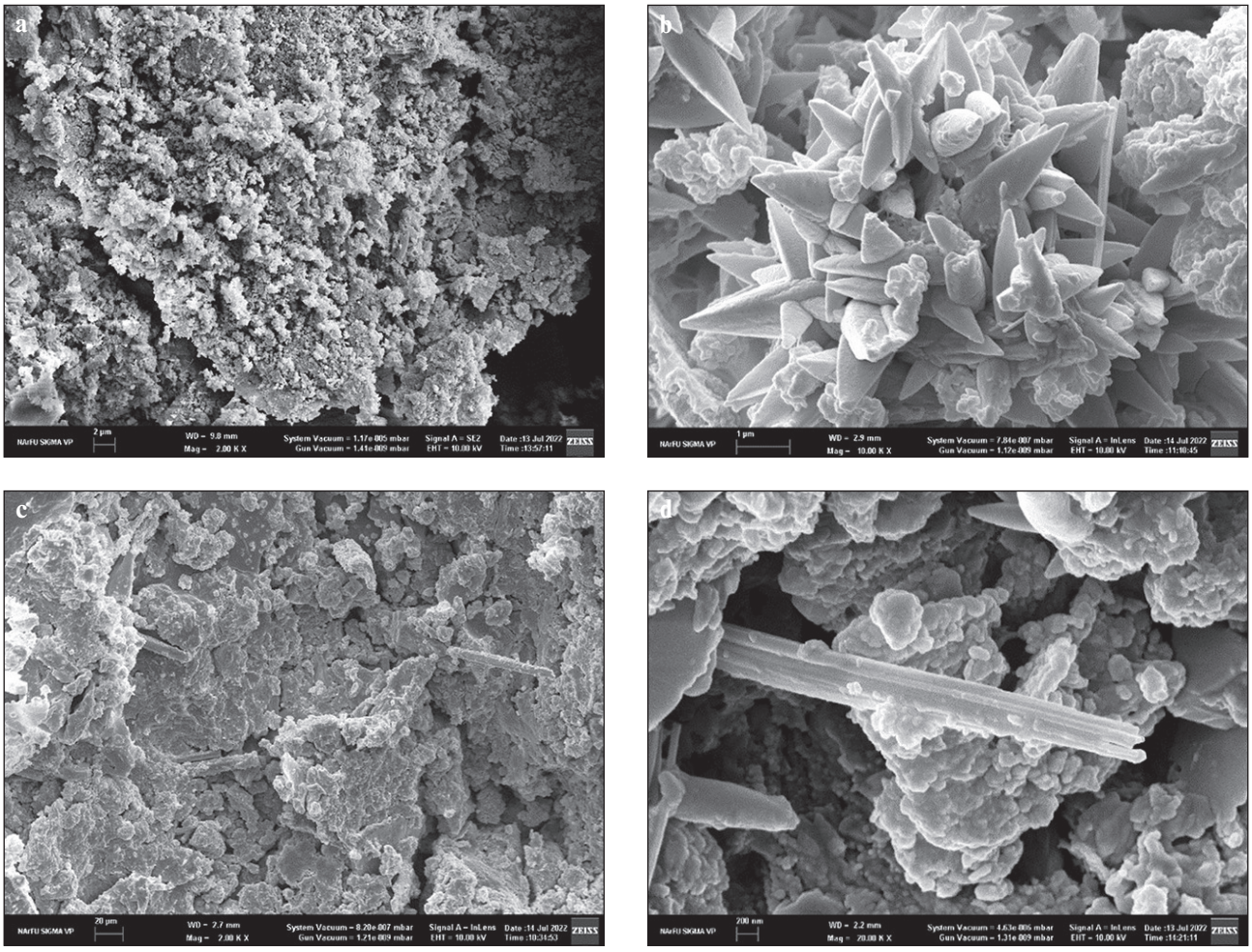


Fig. 4. **The microstructure of the sample from the group 2 from a mixture of saponite-containing material and carbide sludge (S–CS)$_2$:** the images show the sample at different magnifications: a, c – ×2000 magnification; b – ×10,000 magnification; d – ×20,000 magnification, where a, b, c, d are photographs of different areas on the sample's surface

The DTA results are supported by X-ray phase analysis (Figure 3). X-ray photographs of the $(S–CS)_2$ sample present reflexes, which are characteristic of the tobermorite group hydrosilicates, and they are absent on the X-ray photographs of the saponite-containing material.

Analysis of microstructural features in the $(S–CS)_2$ system (Figure 4) showed the formation of the initial phases of calcium silicate hydrate consisting of white microscopic aggregates in the form of randomly oriented lamellar and needle-like crystals 1–60 microns in length.

CONCLUSION

Thus, using microstructural, differential thermal, and X-ray phase analysis, the mechanism of structure formation in the «clay soil – carbide sludge» dispersed system was established. The mechanism involves the interaction of carbide sludge with active clay components in the soil with the formation of calcium silicate hydrate, contributing to the formation of phase contacts between mineral particles of the soil and, as a result, improving its physico-chemical, and physical and mechanical characteristics.

REFERENCES

1. Regions of Russia. Named regions with the best quality of roads. RIA Rating URL: https://riarating.ru/regions/20220704/630225323.html. (accessed 09.01.2023).

2. Trofimov V.T., Voznesensky E.A., Korolev V.A. *Engineering Geology of Russia. Volume 1. Soils of Russia*. Moscow, KDU Publ.; 2011. (In Russian).

3. Moshnyakov M.G. Russian Clay Deposits and the Possibility of Their Use for Import Substitution of Raw Material Bases in the Production of Porcelain Granite. *Bulletin of the Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov*. 2016; 4 (60): 65. (In Russian).

4. Barbane I., Vītiņa I., Lindiņa L. Investigation of the chemical and mineralogical composition of romancement synthesized from Latvian clay and dolomite. *Building materials*. 2013; 1:40–43. (In Russian).

5. Yakovleva A.A., Nemchinova N.V. Prospects for the use of clays of local occurrence in metallurgical practice. *Bulletin of the Irkutsk State Technical University*. 2019; 23(2): 415–425. DOI: 10.21285/1814-3520-2019-2-415-425. (In Russian).

6. Korolev V.A. History of the use and study of clays, clayey soils and minerals. *Engineering geology*. 2021; 16(3): 6–25. DOI: 10.25296/1993-5056-2021-16-3-6-24. (In Russian).

7. Guryeva V.A., Doroshin A.V. Low-quality brick clays and ash and slag waste in the production of ceramic bricks. *Building materials*. 2023; 5: 30–34. DOI: 10.31659/0585-430X-2023-813-5-30-34. (In Russian).

8. Suleimenov Zh., Sagyndykov A.A., Moldamuratov Zh.N., Bayalieva G.M., Alimbayeva Zh.B. High-strength wall ceramics based on phosphorus slag and bentonite clay. *Nanotechnology in Construction: Scientific Internet Journal*. 2022; 14(1): 11–17. DOI: 10.15828/2075-8545-2022-14-1-11-17. (In Russian).

9. Lavrov I.Y., Beregovoy V.A. Clay-Based Printing Compounds for Additive Technologies. *PSUAC Bulletin: Construction, Science and Education*. 2022. 1(14): 19–26. (In Russian).

10. Baklay A.A., Makovskaya N.A., Leontyeva T.G., Kuzmuk D.A., and Moskalchuk L.N. Sorption CS(I) on clays of the Markovskoye (Belarus) and 10th Khutor deposits (Khakassia, Russia). *Radiochemistry*. 2022; 64(2): 193–200. (In Russian).

11. Lakhov S.D., Petrova Yu.V., Bachinskaya V.M. Experience in the use of a multicomponent feed additive based on bentonite clay in animal husbandry. *Hippology and veterinary medicine*. 2022; 1(43): 82–88. (In Russian).

12. Balykov A.S., Nizina T.A., Volodin S.V. Optimization of technological parameters for obtaining mineral additives based on calcined clays and carbonate rocks for cement systems. *Nanotechnology in Construction: Scientific Internet Journal*. 2022; 14(2): 145–155.DOI: 10.15828/2075-8545-2022-14-2-145-155. (In Russian).

13. Sinitsin D.A., Shayakhmetov U.Sh., Rakhimova O.N., Khalikov R.M., Nedoseko I.V. Nanostructured foam ceramics for construction purposes: production and application technology. *Nanotechnology in Construction: Scientific Internet Journal*. 2021; 13(4): 213–221. DOI: 10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221. (In Russian).

14. Khankhasaeva S.Ts., Dashinamzhilova E.Ts., Badmaeva S.V., Bardamova A.L. Adsorption of Triarylmethane Dye on Ca-Montmorillonite: Equilibrium, Kinetics and Thermodynamics. *Colloid Journal*. 2018; 80(4): 472–478. DOI: 10.1134/S0023291218040043. (In Russian).

15. Uriev N.B. Rheological and thixotropic properties of an aqueous suspension of bentonite clay preliminarily subjected to electrohydrodynamic action. *Colloid Journal*. 2011; 73(1): 90–96. (In Russian).

16. Osipov V.I., Karpenko F.S., Kalbergenov R.G., Kutergin V.N., and Rumyantseva N.A. Rheological properties of clayey soils. *Geoecology. Engineering Geology, Hydrogeology, Geocryology*. 2017; 6: 41–51. (In Russian).

17. Taubaeva R., Meszarosh R., Musabekov K., Baran Sh. Electrokinetic potential and flocculation of bentonite suspensions in solutions of surfactants, polyelectrolytes and their mixtures. *Colloid Journal*. 2015; 77(1): 100. DOI: 10.7868/S0023291214060172. (In Russian).

18. Apkaryan A.S., Sablina T.Y. Physical and technical properties of clay from the Kornilovskoye deposit in the Tomsk region. *News of Higher Educational Institutions. Physics*. 2022; 65(7); (776): 35–41. DOI: 10.17223/00213411/65/7/35. (In Russian).

19. Osipov V.I., Sokolov V.N. *Clays and their properties. Composition, structure and formation of properties*. Moscow: GEOS; 2013. (In Russian).

20. Sonin A.S., Churochkina N.A., Kaznacheev A.V., and Golovanov A.V. Liquid crystals of clay dispersions. *Colloid Journal*. 2018; 80(6): 629–651. DOI: 10.1134/S0023291218060174. (In Russian).

21. Korolev V.A. On the issue of «ion-electrostatic bonds» in clays and the causes of clay hardening during dehydration. *Engineering Geology*. 2019; 14(3): 6–19. DOI: 10.25296/1993-5056-2019-14-3-6-18. (In Russian).

22. Rahgozar M., Saberian M., Li J. Soil stabilization with non-conventional eco-friendly agricultural waste materials: An experimental study. *Transportation Geotechnics*. 2018; 14: 52–60. DOI: 10.1016/j.trgeo.2017.09.004.

23. Marto A., Latifi N., Eisazadeh A. Effect of non-traditional additives on engineering and microstructural characteristics of laterite soil. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2014; 39(10): 6949–6958. DOI: 10.1007/s13369-014-1286-1.

24. Latifi N., Marto A., Eisazadeh A. Physicochemical behavior of tropical laterite soil stabilized with non-traditional additive. *Acta Geotechnica*. 2016; 11(2): 433–443. DOI: 10.1007/s11440-015-0370-3.

25. Sol-Sánchez M., Castro J., Ureña C., Azañón J. Stabilisation of clayey and marly soils using industrial wastes: pH and laser granulometry indicators. *Engineering Geology*. 2016; 200: 10–17. DOI: 10.1016/j.enggeo.2015.11.008.

26. Latifi N., Meehan C., Majid M., Horpibulsuk S. Strengthening montmorillonitic and kaolinitic clays using a calcium-based non-traditional additive: A micro-level study. *Applied Clay Science*. 2016; 132–133: 182–193. DOI: 10.1016/j.clay.2016.06.004.

27. al-Swaidani A., Hammoud I., Meziab A. Effect of adding natural pozzolana on geotechnical properties of lime-stabilized clayey soil. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. 2016; 8(5): 714–725. DOI: 10.1016/j.jrmge.2016.04.002.

28. Grishin A.N., Panchenko A.I., Kharchenko I.Ya., Bazhenov M.I. Finely dispersed composite binder for soil fixation by injection method. *Vestnik MGSU*. – 2017; 12(11) (110): 1289–1298. DOI: 10.22227/1997-0935.2017.11.1289-1298. (In Russian).

29. Rodygin K.S., Gyrdymova Yu.V., Ananikov V.P. Carbide sludge as a key inorganic component of a sustainable carbon cycle. *Advances in chemistry*. 2022; 91(7): RCR5048. DOI: 10.1070/RCR5048. (In Russian).

30. Sokolova Yu.V., Nelyubova V.V., Aizenstadt A.M., Strokova V.V. Rheology of soil concrete mixtures based on polymer-organic binder with mineral modifier. *Building materials*. 2022; 12: 26–32. DOI: 10.31659/0585-430X-2022-809-12-26-32. (In Russian).

31. Sokolova Yu.V., Aizenstadt A.M., Frolova M.A., Shinkaruk A.A., Makhova T.A. Potentiometric method for assessing pozzolanic activity of highly dispersed materials. *Nanotechnology in Construction*: *Scientific Internet Journal*. 2023; 15(4): 349–358. DOI: 10.15828/2075-8545-2023-15-4-349-358. (In Russian).

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Yulia V. Sokolova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Department of Cultural Heritage Objects of the Northern and Arctic Territories, Higher School of Engineering, Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Arkhangelsk, Russia, yu.sokolova@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0002-6863-9113

Maria A. Frolova – Cand. Sci. (Chem.), Associate Professor, Head of the Department of Cultural Heritage Objects of the Northern and Arctic Territories, Higher School of Engineering, Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Arkhangelsk, Russia, m.aizenstadt@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0003-4079-5066

Arkady M. Ayzenshtadt – Dr. Sci. (Chem.), Professor, Professor of the Department of Cultural Heritage Objects of the Northern and Arctic Territories, Higher School of Engineering, Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Arkhangelsk, Russia, a.isenshtadt@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0003-2904-2549

Evgeny V. Korolev – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Vice-Rector for Research, St. Petersburg State University of Architecture and Civil Engineering, St. Petersburg, Russia, prorector_nr@spbgasu.ru, https://orcid.org/0000-0003-0815-4621

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

Yulia V. Sokolova – conducting experimental work; collecting and systematizing experimental data

Maria A. Frolova – conducting a literature review on the subject of the study

Arkady M. Ayzenshtadt – development of the concept and development of research methodology

Evgeny V. Korolev – processing and analysis of the experimental data; drawing up final conclusions.

The authors declare no conflict of interest.

The article was submitted 12.07.2024; approved after reviewing 09.08.2024; accepted for publication 13.08.2024.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ УЧЕНЫХ И СПЕЦИАЛИСТОВ

Обзорная статья
УДК 544.77.022; 666.972.16; 666.951
https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-375-382

CC BY 4.0

Структурообразование в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил»

Юлия Васильевна Соколова[1]*, Мария Аркадьевна Фролова[1], Аркадий Михайлович Айзенштадт[1], Евгений Валерьевич Королев[2]

[1] Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, Архангельск, Россия
[2] Санкт-Петербургский государственный архитектурно-строительный университет, Санкт-Петербург, Россия

* Автор, ответственный за переписку: e-mail: yu.sokolova@narfu.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. Глинистый грунт – это многофазная многокомпонентная алюмосиликатная дисперсная система со специфическими свойствами, которые обусловлены не только ее составом, но и формированием между частицами грунта коагуляционных и переходных контактов. Одним из методов изменения характеристик грунтов является введение активных минеральных добавок, способствующих образованию фазовых контактов между частицами грунта в результате пуццолановой реакции. Доказана эффективность применения в качестве такой добавки карбидного ила, представляющего многотоннажный известьсодержащий отход (содержание активного оксида кальция доходит до 56%). Однако до настоящего времени предполагаемый механизм взаимодействия в системе «глинистый грунт – карбидный ил» основан только на литературных данных и экспериментально не подтверждён. **Целью** данной работы являлось исследование механизма структурообразования в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил». **Методы и материалы.** Создана модель грунта путем смешивания сапонитсодержащего материала и песка, соответствующая по составу и свойствам супеси. Карбидный ил в виде суспензии отобран из шламонакопителя, высушен до постоянной массы и просеян. Для исследования механизма структурообразования использовали микроструктурный, дифференциально-термический и рентгенофазовый анализы. **Результаты и обсуждение.** По результатам дифференциального термического анализа в исследуемом образце отмечается уменьшение интенсивности эндотермического эффекта в диапазоне 460–470°С, связанного с разложением гидроксида кальция, и наблюдается эндотермический эффект при 750°С, характерный для разложения гидросиликатов кальция. Результаты дифференциального термического анализа подтверждаются данными рентгенофазового анализа, которые показывают присутствие в реакционной среде гидросиликатов группы тоберморита. Исследование микроструктуры анализируемых смесей показало уменьшение в модифицированном глинистом грунте удельного объема пор диаметром 4–5 нм, что связано с образованием геля из частичек гидратных новообразований, и увеличение объема пор диаметром более 6 нм, что указывает на протекание контракции. **Выводы.** Установлен механизм структурообразования в системе «глинистый грунт – карбидный ил».

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: дисперсная система; глинистый грунт; активная минеральная добавка; карбидный ил; структурообразование; фазовые контакты.

БЛАГОДАРНОСТИ: Экспериментальные исследования выполнены с использованием уникальной научной установки «Физикохимия поверхности нанодисперсных систем» и оборудования на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием «Арктика» в САФУ имени М.В. Ломоносова при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант 23-13-20013).

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:
Соколова Ю.В., Фролова М.А., Айзенштадт А.М., Королев Е.В. Структурообразование в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил» // Нанотехнологии в строительстве. 2024. Т 16, № 4. С. 375–382. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2024-16-4-375-382. – EDN: HXVOGO.

ВВЕДЕНИЕ

Анализ состояния автомобильных дорог регионального и местного значений на севере европейской части России, в частности, в Архангельской области, показал, что более 50% дорожных конструкций не соответствуют нормативным требованиям [1]. Отсутствие развитой, стабильно функционирующей

© Соколова Ю.В., Фролова М.А., Айзенштадт А.М., Королев Е.В., 2024

и безопасной транспортной инфраструктуры затрудняет социально-экономическое и историко-культурное развитие рассматриваемого региона, входящего в перечень приоритетных геостратегических территорий Российской Федерации. Одной из возможных причин разрушения дорог является слабое основание дорожной одежды, сложенное преобладающими на северных и арктических территориях глинистыми грунтами: супесями, суглинками и глинами с включениями гравия, гальки, валунов [2].

Глинистый грунт является классическим объектом коллоидной химии как с теоретической, так и с практической точек зрения, что объясняется наглядностью и удобством изучения природы взаимодействия нано- и микрочастиц на примере дисперсий глин, а также их широким применением в различных отраслях хозяйственной деятельности человека [3–13]. Грунт представляет собой многофазную многокомпонентную алюмосиликатную полидисперсную систему, состоящую из твердой, жидкой и газообразной компоненты, которые могут выступать в качестве и дисперсной фазы, и дисперсионной среды. Кроме того, грунт – это капиллярно-пористое тело, в котором твердый каркас и совокупность пор являются непрерывными, что удовлетворяет основному признаку дисперсионной среды. Твердая составляющая глинистого грунта сложена различными минералами, среди которых наличие глинистых минералов (до 20%) обуславливает специфические физико-химические свойства, характерные для грунтов как коллоидных систем: слабая водостойкость (размокание, высокая гидрофильность, способность к набуханию и усадке), пучинистость, липкость, пластичность, емкость катионного обмена, тиксотропия и повышенная адсорбционная способность [14–18]. Это связано с гранулометрическим составом и структурными особенностями глинистых пород. Они характеризуются малым размером частиц (порядка 1–100 мкм) и развитой удельной поверхностью (от 100 м^2/кг для супесей и суглинков до 100 000 м^2/кг для глин) [19]. Глинистые минералы имеют слоистое строение с жесткой или раздвижной кристаллической структурой, в которой две двухмерные тетраэдрические кремнекислородные сетки с обеих сторон окружают двухмерные октаэдрические алюмогидроксильные сетки [20].

Кроме того, значительное влияние на свойства глинистых грунтов оказывают образующиеся между минеральными частицами за счет дальнодействующих молекулярных, магнитных, электростатических и валентных сил коагуляционные и переходные контакты, отличающиеся низкой прочностью и обратимым характером разрушения [19]. Механизм формирования точечных (переходных) контактов в глинистых дисперсных системах связан с явлением «самосборки» за счет перераспределения наночастиц и кристаллизации водорастворимых солей в контактном зазоре, что приводит к увеличению площади взаимодействия между частицами [21]. Значительно реже между глинистыми частицами формируются высокопрочные фазовые контакты за счет увеличения контактной площади соприкосновения (кристаллизационные) или развития на контакте новой фазы (цементационные), способствующие улучшению физико-химических и физико-механических характеристик глинистых грунтов [19].

Известно, что одним из наиболее эффективных и широко распространенных методов, направленных на создание фазовых контактов между минеральными частицами глинистых грунтов, является введение веществ, которые получили название активных минеральных добавок [22–27]. В качестве таких добавок могут использоваться отходы различных отраслей производства: зола-уноса, зола гидроудаления, зола от сжигания осадка сточных вод, гранулированный доменный шлак, цементная и известковая пыль, доломитовая известь, отходы керамики, зола рисовой шелухи, макулатура, фосфогипс и зола при производстве пальмового масла – характеризующиеся высоким содержанием гидроксида кальция, который вступает в химическое взаимодействие (пуццолановая реакция) с активными кремнистыми и глиноземистыми компонентами грунта с образованием цементирующих соединений или гелей – гидросиликатов кальция (CSH) по схеме 1. Кроме того, возможно образование гидроалюминатов кальция (CAH) и алюмосиликатов кальция (CASH).

$$6SiO_2+5Ca(OH)_2 \rightarrow 5CaO\times6SiO_2\times5H_2O. \quad (1)$$

В работах [28–30] доказана эффективность применения в качестве активной добавки карбидного ила, который представляет многотоннажный известьсодержащий отход, ежегодно образующийся в количестве порядка 18–70 млн л в результате гашения карбида кальция при производстве ацетилена. Введение в глинистый грунт карбидного ила в количестве до 9% от массы грунта в пересчете на массу сухого вещества повышает прочность, водостойкость и морозостойкость грунта. Кроме того, изучение гранулометрического и минерального составов показало, что глинистые грунты характеризуются пуццолановой активностью – способностью активных глинистых компонентов в их составе взаимодействовать с гидроксидом кальция [31]. Однако до настоящего времени предполагаемый механизм взаимодействия в системе «глинистый грунт – карбидный ил» основан только на литературных данных и экспериментально не подтвержден.

Таким образом, целью данной работы являлось исследование механизма структурообразования в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил».

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Материалы

Ввиду отдаленности и труднодоступности северных и арктических регионов, а также в связи с ограничением хозяйственной деятельности на некоторых территориях на основе библиографических и архивных изысканий была создана модельная система глинистого грунта путем смешивания глинистого компонента и песка при соотношении 1:6 соответственно. Был выбран речной полиминеральный песок месторождения «Краснофлотский-Запад» с модулем крупности $M_к = 1,1$. В качестве глинистой составляющей использовали сапонитсодержащий материал, представляющий собой многотоннажный отход (до 1 млн тонн в год) промышленного обогащения кимберлитовых руд месторождения алмазов имени М.В. Ломоносова. Разработанная модель грунта по минеральному и гранулометрическому составам и физическим свойствам, представленным в работе [31], соответствовала супесям как одному из характерных типов грунтов севера европейской части России.

Карбидный ил был отобран из шламонакопителя на Заводе карбидов и ферросплавов в г. Инта (Коми) в виде суспензии, далее высушен до постоянной массы при температуре 60±5°С и просеян для исключения конгломератов, сформированных при сушке. Химический состав и характеристики карбидного ила представлены в табл. 1 и 2 соответственно.

Исходя из того, что именно глинистые минералы являются наиболее активной частью глинистых грунтов, в дальнейшем для установления механизма структурообразования в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил» песок был исключен из модельной системы грунта и изучалось взаимодействие в системе «сапонитсодержащий материал – карбидный ил».

Методы

Первоначально были изготовлены две группы образцов:

1) исходные компоненты, смешанные в сухом виде: сапонитсодержащий материал $С_1$, карбидный ил $КИ_1$ и смесь сапонитсодержащего материала и карбидного ила $(С–КИ)_1$;

2) исходные компоненты, смешанные в сухом виде с последующим затворением водой (5% от массы сухой смеси, что соответствует оптимальным условиям структурообразования [30]), уплотнением при формовании и твердением в нормальных условиях (при температуре (20±2)°С и относительной влажности воздуха (95±5)%) в течение 28 суток: сапонитсодержащий материал $С_2$, карбидный ил $КИ_2$ и смесь сапонитсодержащего материала и карбидного ила $(С–КИ)_2$.

Рациональное соотношение компонентов в смеси С–КИ для 1 и 2 группы образцов было принято одинаковым и составило 7:1 соответственно [31].

Для исследования механизма структурообразования в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил» использовали комплекс научно-исследовательских методов, включающий микроструктурный, дифференциально-термический и рентгенофазовый анализы.

Микроструктурные особенности образцов исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss Sigma VP (Carl Zeiss, Германия). Морфометрические параметры микроструктуры (удельную адсорбционную площадь поверхности и пористость) определяли сорбционным методом на анализаторе Autosorb-iQ-MP (Quantachrome instruments, США)

Таблица 1
Химический состав карбидного ила

Компонент	$Ca(OH)_2$	Fe_2O_3	$CaCO_3$	$CaSO_4$	SiO_2	Al_2O_3
Содержание, %	79,6	0,2	14,9	1,0	3,0	1,3

Таблица 2
Характеристики карбидного ила

Свойство	Агрегатное состояние	Класс опасности	Влажность, %	Активность (содержание активного CaO), %
Значение	прочие дисперсные системы	4	91,40	56

и рассчитывали по методу Брунауэра–Эммета–Теллера (БЭТ).

Величина уменьшения относительного объема пор была рассчитана по формуле:

$$-\Delta P = \frac{P_2 - P_1}{P_1} \cdot 100\ \%, \quad (2)$$

где P_2 – объем пор в образце группы 2, см^3/г;
P_1 – объем пор в образце группы 1, см^3/г.

Знак «–» указывает на уменьшение относительного объема пор.

Дифференциально-термический анализ (ДТА) проводили на термоанализаторе Discovery SDT 650 (TA Instruments, США) в корундовых тиглях в атмосфере азота (расход 50 мл/мин) при скорости нагрева 10°С/мин.

Рентгенофазовый анализ (РФА) выполняли на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000 S (Shimadzu, Япония) на стандартном держателе, с вращением 30 об./мин. Параметры работы рентгеновской трубки: ускоряющее напряжение 40 кВ, ток 30 мА, материал мишени – Cu. Диапазон сканирования по углу 2θ – от 10 до 150°, скорость сканирования 2 град/мин, шаг 0,02°. Поиск соответствия проводили с помощью базы данных PDF-2 (Powder Diffraction File™ PDF-2 Release 2010, International Centre for Diffraction Data) с учетом элементного состава образца.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные значения удельной адсорбционной площади поверхности, представленные в табл. 3, показали, что величина данного параметра у образцов группы 2 меньше, чем у образцов группы 1, что связано с технологическим процессов изготовления. Однако закон аддитивности для обеих групп образцов не выполняется, что подтверждает структурообразование в системе С–КИ.

Анализ морфометрических особенностей микроструктуры анализируемых образцов (рис. 1) показал, что в сапонитсодержащем материале (образцы С) удельный объем пор диаметром более 9 нм увеличился, что обусловлено образованием обратимых коагуляционных и переходных контактов между глинистыми частицами за счет тонкой равновесной пленки жидкости толщиной до нескольких

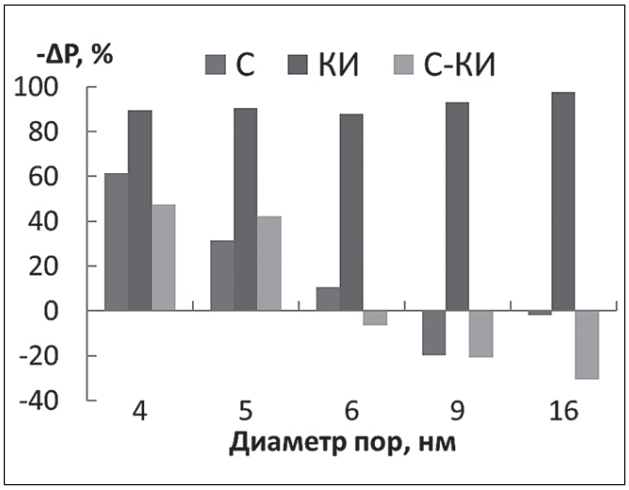


Рис. 1. **Зависимость величины уменьшения относительного объема пор от их диаметра для образцов:** С – сапонитсодержащий материал; КИ – карбидный ил; С–КИ – модифицированный глинистый грунт

десятков нанометров, которая частично удаляется при температуре дегазации 100°С. В карбидном иле (образцы КИ) удельный объем пор диаметром более 4 нм уменьшился за счет уплотнения смеси при формовании образцов и физико-химических процессов структурообразования при карбонатном твердении. В модифицированном глинистом грунте (образцы С–КИ) удельный объем пор диаметром 4–5 нм уменьшился, что связано с образованием геля из частичек гидратных новообразований, а объем пор диаметром более 6 нм увеличился, что, по нашему мнению, указывает на протекание контракции.

По результатам дифференциально-термического анализа (рис. 2) на термограмме 3 (образец $(С–КИ)_2$) отмечается уменьшение интенсивности эндотермического эффекта в диапазоне 460–470°С, связанного с разложением гидроксида кальция, что указывает на то, что карбидный ил вступает во взаимодействие с активными компонентами сапонитсодержащего материала. Кроме того, наблюдается эндотермический эффект при 750°С, характерный для разложения гидросиликатов кальция (CSH).

Результаты ДТА подтверждаются данными рентгенофазового анализа (рис. 3), на рентгенограммах которого в образце $(С–КИ)_2$ отмечаются рефлексы,

Таблица 3
Удельная адсорбционная площадь поверхности образцов

Образец	$С_1$	$С_2$	$КИ_1$	$КИ_2$	$(С–КИ)_1$	$(С–КИ)_2$
Удельная площадь поверхности, м^2/кг	41 255	18 530	7 609	1 328	21 933	8 870

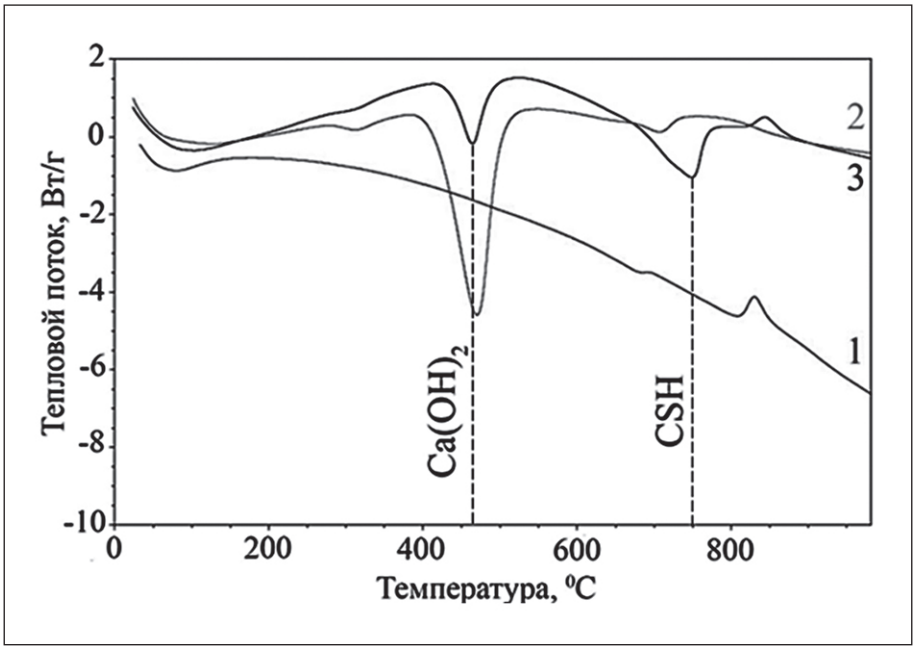


Рис. 2. **Дифференциально-термический анализ 2 группы образцов:** 1 – сапонитсодержащий материал ($С_2$); 2 – карбидный ил ($КИ_2$); 3 – смесь сапонитсодержащего материала и карбидного ила $(С–КИ)_2$; CSH – гидросиликаты кальция

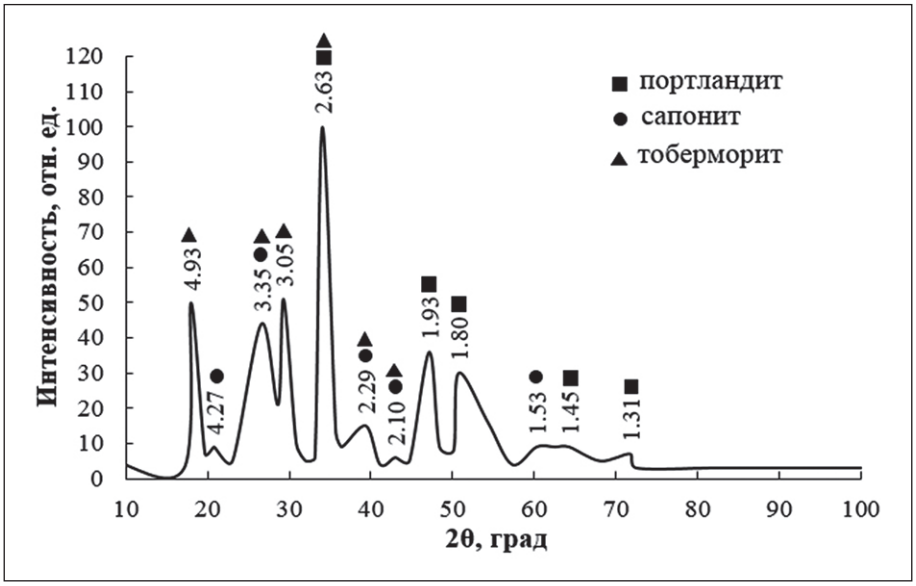


Рис. 3. **Рентгенограмма образца 2 группы из смеси сапонитсодержащего материала и карбидного ила $(С–КИ)_2$**

характерные для гидросиликатов группы тоберморита и отсутствующие на рентгенограммах образца сапонитсодержащего материала.

Анализ микроструктурных особенностей в системе $(С–КИ)_2$ (рис. 4) показал образование начальных фаз гидросиликатов кальция, состоящих из белых микроскопических агрегатов в виде беспорядочно сросшихся пластинчатых и игольчатых кристаллов длиной 1–60 мкм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, с использованием микроструктурного, дифференциально-термического

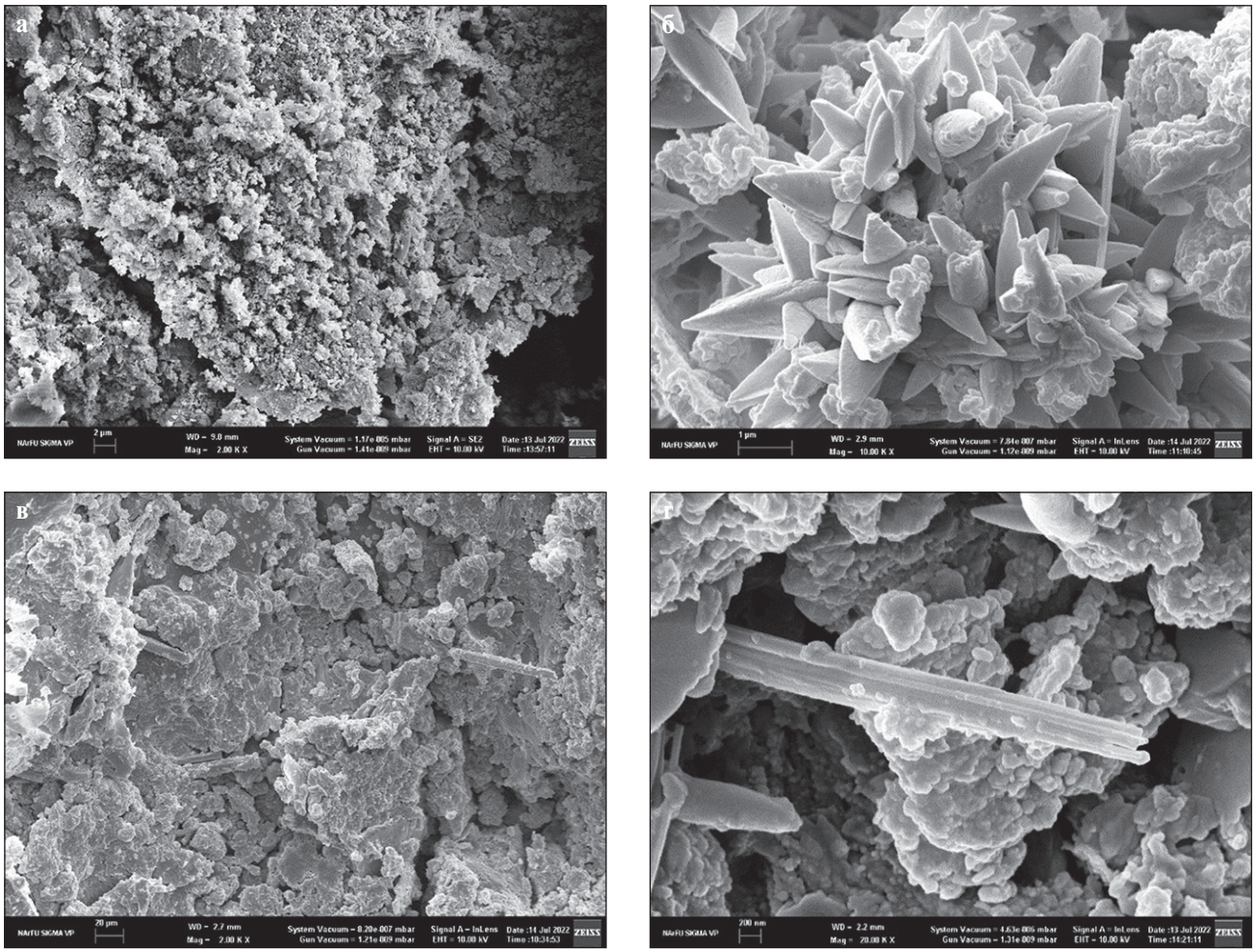


Рис. 4. **Микроструктура образца 2 группы из смеси сапонитсодержащего материала и карбидного ила (С–КИ)$_2$:** а, в – при увеличении ×2000; б – при увеличении ×10 000; г – при увеличении ×20 000, где а, б, в, г – фотографии разных участков поверхности образца

и рентгенофазового анализов установлен механизм структурообразования в дисперсной системе «глинистый грунт – карбидный ил», заключающийся во взаимодействии карбидного ила с активными глинистыми компонентами грунта с образованием гидросиликатов кальция, способствующих формированию фазовых контактов между минеральными частицами грунта и, как следствие, улучшению его физико-химических и физико-механических характеристик.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Регионы России. Названы регионы с лучшим качеством дорог. РИА Рейтинг [Электронный ресурс]. URL: https://riarating.ru/regions/20220704/630225323.html. (дата обращения: 09.01.2023).

2. Трофимов В.Т., Вознесенский Е.А., Королев В.А. *Инженерная геология России. Том 1. Грунты России*. М.: КДУ, 2011. 672 с.

3. Мошняков М.Г. Российские месторождения глин и возможность их использования для импортозамещения сырьевых баз в производстве керамического гранита // *Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова*. 2016. 4. 60. С. 65.

4. Барбане И., Витыня И., Линдыня Л. Исследование химического и минералогического состава романцемента, синтезированного из латвийской глины и доломита // *Строительные материалы*. 2013. 1. С. 40–43.

5. Яковлева А.А., Немчинова Н.В. Перспективы использования глин локального проявления в металлургической практике // *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2019. 23(2). (145). С. 415–425. DOI: 10.21285/1814-3520-2019-2-415-425.

6. Королев В.А. История использования и изучения глин, глинистых грунтов и минералов // *Инженерная геология*. 2021. 16(3). С. 6–25. DOI: 10.25296/1993-5056-2021-16-3-6-24.

7. Гурьева В.А., Дорошин А.В. Низкокачественные кирпичные глины и золошлаковые отходы в производстве керамического кирпича // *Строительные материалы*. 2023. 5. С. 30–34. DOI: 10.31659/0585-430X-2023-813-5-30-34.

8. Сулейменов Ж., Сагындыков А.А., Молдамуратов Ж.Н., Баялиева Г.М., Алимбаева Ж.Б. Высокопрочная стеновая керамика на основе фосфорного шлака и бентонитовой глины // *Нанотехнологии в строительстве*. 2022. 14(1). С. 11–17. DOI: 10.15828/2075-8545-2022-14-1-11-17.

9. Лавров И.Ю., Береговой В.А. Печатные массы на основе глин для аддитивных технологий // *Вестник ПГУАС: строительство, наука и образование*. 2022. 1(14). С. 19–26.

10. Баклай А.А., Маковская Н.А., Леонтьева Т.Г., Кузьмук Д.А., Москальчук Л.Н. Сорбция CS(I) на глинах месторождений Марковское (Беларусь) и 10-й хутор (Хакасия, Россия) // *Радиохимия*. 2022. 64(2). С. 193–200.

11. Лахов С.Д., Петрова Ю.В., Бачинская В.М. Опыт применения многокомпонентной кормовой добавки на основе бентонитовой глины в животноводстве // *Иппология и ветеринария*. 2022. 1(43). С. 82–88.

12. Балыков А.С., Низина Т.А., Володин С.В. Оптимизация технологических параметров получения минеральных добавок на основе прокаленных глин и карбонатных пород для цементных систем // *Нанотехнологии в строительстве*. 2022. 14(2). С. 145–155. DOI: 10.15828/2075-8545-2022-14-2-145-155.

13. Синицин Д.А., Шаяхметов У.Ш., Рахимова О.Н., Халиков Р.М., Недосеко И.В. Наноструктурированная пенокерамика строительного назначения: технология производства и применения // *Нанотехнологии в строительстве*. 2021. 13(4). С. 213–221. DOI: 10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221.

14. Ханхасаева С.Ц., Дашинамжилова Э.Ц., Бадмаева С.В., Бардамова А.Л. Адсорбция триарилметанового красителя на Ca-монтмориллоните: равновесие, кинетика и термодинамика // *Коллоидный журнал*. 2018. 80(4). С. 472–478. DOI: 10.1134/S0023291218040043.

15. Урьев Н.Б. Реологические и тиксотропные свойства водной суспензии бентонитовой глины, предварительно подвергнутой электрогидродинамическому воздействию // *Коллоидный журнал*. 2011. 73(1). С. 90–96.

16. Осипов В.И., Карпенко Ф.С., Кальбергенов Р.Г., Кутергин В.Н., Румянцева Н.А. Реологические свойства глинистых грунтов // *Геоэкология. Инженерная геология, гидрогеология, геокриология*. 2017. 6. С. 41–51.

17. Таубаева Р., Месарош Р., Мусабеков К., Барань Ш. Электрокинетический потенциал и флокуляция суспензий бентонита в растворах ПАВ, полиэлектролитов и их смесей // *Коллоидный журнал*. 2015. 77(1). С. 100. DOI: 10.7868/S0023291214060172.

18. Апкарьян А.С., Саблина Т.Ю. Физико-технические свойства глины Корниловского месторождения Томской области // *Известия вузов. Физика*. 2022. 65(7). (776). С. 35–41. DOI: 10.17223/00213411/65/7/35.

19. Осипов В.И., Соколов В.Н. *Глины и их свойства. Состав, строение и формирование свойств*. М.: ГЕОС, 2013. 578 с.

20. Сонин А.С., Чурочкина Н.А., Казначеев А.В., Голованов А.В. Жидкие кристаллы дисперсий глин // *Коллоидный журнал*. 2018. 80(6). С. 629–651. DOI: 10.1134/S0023291218060174.

21. Королев В.А. К вопросу об «ионно-электростатических связях» в глинах и причинах упрочнения глин при дегидратации // *Инженерная геология*. 2019. 14(3). С. 6–19. DOI: 10.25296/1993-5056-2019-14-3-6-18.

22. Rahgozar M., Saberian M., Li J. Soil stabilization with non-conventional eco-friendly agricultural waste materials: An experimental study. *Transportation Geotechnics*. 2018; 14: 52–60. DOI: 10.1016/j.trgeo.2017.09.004.

23. Marto A., Latifi N., Eisazadeh A. Effect of non-traditional additives on engineering and microstructural characteristics of laterite soil. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2014; 39(10): 6949–6958. DOI: 10.1007/s13369-014-1286-1.

24. Latifi N., Marto A., Eisazadeh A. Physicochemical behavior of tropical laterite soil stabilized with non-traditional additive. *Acta Geotechnica*. 2016; 11(2): 433–443. DOI: 10.1007/s11440-015-0370-3.

25. Sol-Sánchez M., Castro J., Ureña C., Azañón J. Stabilisation of clayey and marly soils using industrial wastes: pH and laser granulometry indicators. *Engineering Geology*. 2016; 200: 10–17. DOI: 10.1016/j.enggeo.2015.11.008.

26. Latifi N., Meehan C., Majid M., Horpibulsuk S. Strengthening montmorillonitic and kaolinitic clays using a calcium-based non-traditional additive: A micro-level study. *Applied Clay Science*. 2016; 132–133: 182–193. DOI: 10.1016/j.clay.2016.06.004.

27. al-Swaidani A., Hammoud I., Meziab A. Effect of adding natural pozzolana on geotechnical properties of lime-stabilized clayey soil. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. 2016; 8(5): 714–725. DOI: 10.1016/j.jrmge.2016.04.002.

28. Гришин А.Н., Панченко А.И., Харченко И.Я., Баженов М.И. Тонкодисперсное композиционное вяжущее для закрепления грунтов инъекционным способом // *Вестник МГСУ*. 2017. 12(11). (110). С. 1289–1298. DOI: 10.22227/1997-0935.2017.11.1289-1298.

29. Родыгин К.С., Гырдымова Ю.В., Анаников В.П. Карбидный шлам – ключевой неорганический компонент устойчивого углеродного цикла // *Успехи химии*. 2022. 91(7). RCR5048. DOI: 10.1070/RCR5048.

30. Соколова Ю.В., Нелюбова В.В., Айзенштадт А.М., Строкова В.В. Реология грунтобетонных смесей на основе полимер-органического связующего с минеральным модификатором // *Строительные материалы*. 2022. 12. С. 26–32. DOI: 10.31659/0585-430X-2022-809-12-26-32.

31. Соколова Ю.В., Айзенштадт А.М., Фролова М.А., Шинкарук А.А., Махова Т.А. Потенциометрический метод оценки пуццолановой активности высокодисперсных материалов // *Нанотехнологии в строительстве*. 2023. 15(4). С. 349–358. DOI: 10.15828/2075-8545-2023-15-4-349-358.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Соколова Юлия Васильевна – кандидат технических наук, доцент кафедры объектов культурного наследия Северных и Арктических территорий, Высшая инженерная школа, Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, Архангельск, Россия, yu.sokolova@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0002-6863-9113

Фролова Мария Аркадьевна – кандидат химических наук, доцент, заведующий кафедрой объектов культурного наследия Северных и Арктических территорий, Высшая инженерная школа, Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, Архангельск, Россия, m.aizenstadt@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0003-4079-5066

Айзенштадт Аркадий Михайлович – доктор химических наук, профессор, профессор кафедры объектов культурного наследия Северных и Арктических территорий, Высшая инженерная школа, Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, Архангельск, Россия, a.isenshtadt@narfu.ru, https://orcid.org/0000-0003-2904-2549

Королев Евгений Валерьевич – доктор технических наук, профессор, проректор по научной деятельности, Санкт-Петербургский государственный архитектурно-строительный университет, Санкт-Петербург, Россия, prorector_nr@spbgasu.ru, https://orcid.org/0000-0003-0815-4621

ВКЛАД АВТОРОВ

Соколова Ю.В. – проведение экспериментальной работы; сбор и систематизация экспериментальных данных.

Фролова М.А. – проведение литературного обзора по тематике исследования.

Айзенштадт А.М. – разработка концепции и развитие методологии исследования.

Королев Е.В. – обработка и анализ экспериментальных данных; составление итоговых выводов.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию 12.07.2024; одобрена после рецензирования 09.08.2024; принята к публикации 13.08.2024.

PUBLICATION ETHICS AND PREVENTION OF MALPRACTICE PUBLICATION

Compliance requirements of publication ethics in the preparation and publication of the journal Science Editor and Publisher apply to all members of the publishing process, i.e., authors, editors, reviewers, and the publisher of the journal. The editorial board monitors compliance with the ethics requirements based on the manuals prepared by international specialized organizations, associations and publishers, as well as the Association of Science Editors and Publishers. The main standards relied on by the journal «Nanotechnologies in construction» are those developed by the Committee on Publication Ethics (Committee on Publication Ethics) in the United Kingdom, by the publisher Elsevier (Netherlands), and other non-Russian editorial associations and information systems, as well as the declaration of «Ethical Principles of Scientific Publications», adopted by the Association of Science Editors and Publishers (Russia).

The responsibility of the authors of material for the journal «Nanotechnologies in construction»

1. The author submits materials for review, which have not been previously published. If the article is based on previously published material which are not academic articles or based on materials presented on the Internet, the author should notify the editorial staff of the journal.
2. The author does not submit the same article to different journals for review.
3. All co-authors consent to the submission of their articles to the journal.
4. The author should inform the editorial staff about a potential conflict of interest. In the case of the absence of any competing interests the author should claim that by writing «Author declare the absence of any competing interests» in the paper.
5. The author takes the necessary steps to ensure the correctness of citations in the submitted article.
6. The list of authors included only individuals who have made significant contributions to the research.
7. The author correctly cites his or her previous work as to avoid self-plagerism in the manuscript and the artificial increase of volume of publications (salami-slicing).
8. The author, who is acting as the contact with journal, informs all other co-authors of all changes and suggestions from the editorial staff, and does not make decisions regarding the article alone without the written consent of all co-authors.
9. The author properly corresponds with the reviewer through contact with the editor and responds to comments and observations if they arise.
10. If necessary, the authors either adjust the data presented in the article, or refute them.

Responsibility of the editors of the journal «Nanotechnologies in construction»

1. The editors are personally and independently responsible for the content of the materials published and recognize that responsibility. The reliability of the work in question and its scientific significance should always be the basis in the decision to publish.
2. The editors of the journal can check the materials with anti-plagiarism system «Antiplagiat» detecting borrowed fragments to provide copyright protection.
3. The editors make fair and objective decisions, regardless of any commercial considerations and provide a fair and efficient process for the independent review.
4. The editors evaluate manuscripts' intellectual content without regard to race, gender, sexual orientation, religion, origin, nationality, and/or the political preferences of the authors.
5. The editors do not work with articles for which they have a conflict of interest.
6. The editors resolve conflict situations arising during the editorial process, as well as use all available means to resolve these situations.
7. The editors of the journal publish information concerning corrections, rebuttals, and review articles in case the need arises.
8. The editors of the journal do not publish the final version of the article without the consent of the authors.

The responsibility of the reviewers of the journal «Nanotechnologies in construction»

1. The reviewer evaluates his or her own availability before the examination of the manuscript and accepts materials for review only if the reviewer is able to allow for sufficient time as to ensure the quality his or her work.

2. The reviewer must use the form created by the editors and delivered with paper. The reviewer may give extended review.

3. The reviewer notifies the editorial staff of any conflict of interest (if one exists) before the start of the review of the paper.

In the case of the absence of any competing interests the reviewer should claim that by writing «The reviewer declares the absence of any competing interests» in the review.

4. The reviewer does not send information about the article and or any of the data contained within the article to any third party.

5. The reviewer does not use the information obtained from the article for any personal and or commercial purposes.

6. The reviewer does not make conclusions about the quality of the article on the basis of subjective data, e.g. the personal relationship to the author, gender, age, religion, etc.

7. The reviewer uses only proper and appropriate language and explanations in respect to the articles, avoiding any personal remarks.

The responsibility of the publisher of the journal «Nanotechnologies in construction»

1. The publisher not only supports scientific communication and invests in the process, but is also responsible for complying with all current guidelines and standards for publishing scientific work.

2. The publisher does not affect the editorial policy of the journal.

3. The publisher provides legal support to the journal if necessary.

4. The publisher provides for the timely release of futures issues of the journal.

5. The publisher publishes changes, explanations, and recalls articles that have been identified to contain scientific misconduct and or critical errors.

The responsibility of the editor-in-chief of the journal «Nanotechnologies in construction»

1. The editor-in-chief is responsible for making a decision which of submitted papers are to be published in the journal. This decision always must be based on the examination of paper reliability and its importance for scientists and readers. The editor-in-chief may be guided by methodical recommendation elaborated by the editorial board of the journal. He also may take into account legal requirements, such as exclusion of libel, infringement of copyright and plagiarism. When making decision on the publication, the editor-in-chief may consult with the members of editorial board, reviewers.

2. The editor-in-chief evaluates submitted papers by the intellectual content, regardless of the race, sex, sexual preference, religion, ethnic origins, citizenship and political views of the author.

3. The editor-in-chief, editorial staff, members of the editorial board must not disclose information on the submitted manuscript to the third person except for the author, reviewers, potential reviewers, and the publisher.

4. The information contained in the submitted paper cannot be used in the paper of the editor-in-chief, members of the editorial board without author's written permission. Confidential information or ideas obtained during review must be kept in secret and must not be used for self-profit.

5. The editor-in-chief should not review the paper if there is a conflict of the interests evolving from competition, cooperation or other relations with someone from the authors, companies and organizations which are related to the paper.

6. The editor-in-chief should ask all authors to present information on the certain competitive interests and publish corrections if the conflict of the interests has been revealed after the publication. If necessary another appropriate action such as publication of disproof or expression of a concern can be performed.

7. The editor-in-chief should take reasoned and prompt measures if he gets complaints of ethnic character in respect to the submitted manuscript or issued paper, contacting with the editors and publisher.

Complaints and appeals handling

In the case of incoming complaints and appeals a commission is formed. The commission can consist of the publisher, the editor-in-chief, deputy editor-in-chief, members of editorial council, authors and specialists which are competent in the considering subjects.

An investigation is held and the results of it are reported to all interested parties. According to laws, if it is necessary, the materials are delivered to competent state bodies.

Policy of disclosure and conflicts of interest /competing interests

Unpublished data from manuscripts submitted for consideration can not be used for personal research without the expressed written consent of the author.

Information or ideas obtained through peer review and related actives, which potentially can be beneficial to any party other than the author, must be kept confidential and not be used for personal gain.

The editors and reviewers should not participate in the examination of manuscripts in the event of a conflict of interest that is a result of any competitive, cooperative, and or other interactions and relationships with any of the authors, companies, and or other organizations involved in the creation or presentation of the works.

The politics of the journal concerning data exchange and reproductibility

The journal papers (metadata of papers) are available for free access at the journal's website and at the websites of different citation systems (data bases).

The authors of the materials published in the journal permit using their content according to the license Creative Commons CC-BY «Attribution». This kind of license allows other people to distribute, edit, correct and base on the work of the authors, even with commercial purpose, while the authors mention them as co-authors. The license is recommended to distribute widely and use licensed materials.

The politics of the journal concerning data exchange and reproducibility are aimed at providing «transparent» science and transparency is a guarantee of high-quality research and innovations.

Ethical oversight of the published materials

The publisher and the editor-in-chief should deal with protection of reputation of the published materials by studying and evaluating claimed or potential delinquency (research, publications, reviews and editorial activities) jointly with scientific community.

That means interaction with the author of the manuscript and detailed consideration of the complaints or declared reclamations. To detect such delinquencies as plagiarism, the editor must use proper license software or systems.

If the editor-in-chief obtains proved evidence of delinquency, he must inform the publisher and the members of editorial council about this, as well as immediately notify the author about necessity to correct the paper or paper retraction (in dependence on the situation).

Derivation and plagiarism

During the consideration of an article, the editorial staff of the journal «Nanotechnologies in construction» may conduct a verification of the submitted materials with the help the Anti-plagiarism system. In the case of the discovery of multiple incidents of content matching, the editorial staff acts in accordance with the rules of COPE.

Intellectual property

The editors should carefully deal with the issues concerning intellectual property and interact with the publisher when settling the cases of probable delinquencies and agreements on intellectual property protection.

The editors aside from using plagiarism detecting tools can also:

– support the authors whose copyright was infringed or those who suffered from plagiarism;
– cooperate with the publisher to protect copyright and to pursue infringer (for example, by applying for paper retraction or removing materials from websites).

Discussion of the papers published in the journal. Corrections made after publication

The editors must be open for the researches that oppose the papers published earlier in the journal; to encourage and to be ready to consider valid criticism of the papers published in the journal.

The authors of the criticized works should have an opportunity to respond the criticism. The papers describing only negative results can also be published.

Preprint and postprint policy

During the submission process, the author must confirm that the article has not been published and or accepted for publication in any other journal. When citing articles published in the journal «Nanotechnologies in construction», the publisher requests the authors to provide a link (the full URL of the material) to the official website of the journal.

Articles, which have been previously posted by the author on personal and or public websites that have no relationship to any other publishers, are allowed to be submitted to the journal.

On the procedure in case of abusive practice (infringement)

Publisher, editor-in-chief, each member of editorial staff member of editorial board, author, reviewer or reader must comply journal's Publication Ethics and are obliged to report any known facts concerning committed or potential infringement.

The journal's editors immediately launch investigation on all messages that state abusive practice (infringements). If the information is confirmed, the measures to eliminate claimed abusive practice (infringements) will be taken. According to legislation, all materials, if it is necessary, are referred to proper state bodies.

In response to all author's claims the editors give full and substantiated replies and make great efforts to resolve any conflicts.

ЭТИКА НАУЧНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ И ПРЕДОТВРАЩЕНИЕ НЕДОБРОСОВЕСТНОЙ ПРАКТИКИ ПУБЛИКАЦИЙ

Требования соблюдения публикационной этики при подготовке и издании журнала «Нанотехнологии в строительстве» касаются всех участников редакционно-издательского процесса – авторов, редакторов, рецензентов и издателя, создающих этот журнал. Редакция журнала следит за выполнением требований этики, опираясь на руководства, подготовленные зарубежными профильными организациями, ассоциациями и издательствами, а также Ассоциацией научных редакторов и издателей. Основными документами, на которые опирается редакция журнала «Нанотехнологии в строительстве», являются разработки Комитета по публикационной этике (Committee on Publication Ethics), Великобритания, издательства Elsevier (Нидерланды) и других зарубежных редакторских ассоциаций и информационных систем, а также Декларация «Этические принципы научных публикаций», принятая Ассоциацией научных редакторов и издателей (Россия).

Ответственность авторов журнала «Нанотехнологии в строительстве»

1. Автор отправляет на рассмотрение статью, материалы которой ранее не были опубликованы. Если статья основана на ранее опубликованных материалах не статейного характера или материалы представлены в Интернете, следует уведомить об этом редакцию журнала.
2. Автор не отправляет на рассмотрение одну статью в разные журналы.
3. Все соавторы согласны на представление статьи в журнал.
4. Автор уведомляет редакцию о потенциальном конфликте интересов. Об отсутствии конфликта интересов автор указывает в статье – «Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов».
5. Автор предпринимает необходимые меры, чтобы убедиться в корректности представленных в статье цитирований.
6. В список авторов включаются только лица, внесшие значительный вклад в проведение исследования.
7. Автор корректно цитирует свои предыдущие работы и избегает самоплагиата в рукописи и искусственного увеличения объема публикаций (salami-slicing).
8. Контактный автор уведомляет своих соавторов обо всех изменениях и предложениях со стороны редакции журнала и не принимает решений относительно статьи единолично, без письменного согласия всех соавторов.
9. Автор корректно ведет переписку с рецензентом через редактора и отвечает на комментарии и замечания, если они возникают.
10. При необходимости авторы корректируют представленные в статье данные или опровергают их.

Ответственность редакторов журнала «Нанотехнологии в строительстве»

1. Редакторы журнала самолично и независимо несут ответственность за содержание публикуемых материалов и признают эту ответственность. Достоверность рассматриваемой работы и ее научная значимость всегда должны лежать в основе решения о публикации.
2. Редакторы журнала могут проверить полученные материалы в системе Антиплагиат по обнаружению заимствований, способствуя защите авторского права.
3. Редакторы принимают честные и объективные решения независимо от коммерческих соображений и обеспечивают честный и эффективный процесс независимого рецензирования.
4. Редакторы оценивают интеллектуальное содержание рукописей вне зависимости от расы, пола, сексуальной ориентации, религиозных взглядов, происхождения, гражданства или политических предпочтений Авторов.
5. Редакторы не работают со статьями, в отношении которых у них есть конфликт интересов.
6. Редакторы журнала разрешают конфликтные ситуации, возникающие в процессе работы, и используют для их разрешения все доступные средства.
7. Редакторы журнала публикуют информацию об исправлениях, опровержениях и отзывах статей в случае возникновения такой необходимости.
8. Редакторы журнала не публикуют конечный вариант статьи без его согласования с авторами.

Ответственность рецензентов журнала «Нанотехнологии в строительстве»

1. Рецензент оценивает свою занятость перед согласием на экспертизу рукописи и соглашается на рецензирование только при наличии достаточного времени на качественную работу.

2. Рецензент использует разработанную редакцией журнала форму, которую он получает вместе со статьей. Рецензент вправе дать более расширенную рецензию.

3. Рецензент предупреждает редакцию о наличии конфликта интересов (если он возник) до начала работы со статьей.

Об отсутствии конфликта интересов рецензент указывает в рецензии – «Рецензент заявляет об отсутствии конфликта интересов».

4. Рецензент не передает сведения о статье и данные, которые в ней содержатся, третьим лицам.

5. Рецензент не использует информацию, полученную из статьи, в личных и коммерческих целях.

6. Рецензент не делает выводов о качестве статьи на основе субъективных данных: личного отношения к автору, его пола, возраста, вероисповедания.

7. Рецензент использует только корректные выражения и объяснения в отношении статьи, не переходит на личности.

Ответственность издателя журнала «Нанотехнологии в строительстве»

1. Издатель не только поддерживает научные коммуникации и инвестирует в данный процесс, но также несет ответственность за соблюдение всех современных рекомендаций в публикуемой работе.

2. Издатель не влияет на редакционную политику журнала.

3. Издатель оказывает юридическую поддержку редакции журнала при необходимости.

4. Издатель обеспечивает своевременность выхода очередных выпусков журнала.

5. Издатель публикует правки, пояснения и отзывает статьи, в которых были выявлены нарушения научной этики или критические ошибки.

Ответственность главного редактора журнала «Нанотехнологии в строительстве»

1. Главный редактор отвечает за принятие решения о том, какие из представленных в редакцию журнала работ следует опубликовать. Это решение всегда должно приниматься на основе проверки достоверности работы и ее важности для исследователей и читателей. Главный редактор может руководствоваться методическими рекомендациями, разработанными редколлегией журнала, и такими юридическими требованиями как недопущение клеветы, нарушения авторского права и плагиата. Также при принятии решения по публикации главный редактор может советоваться с членами редсовета, редколлегии, рецензентами.

2. Главный редактор оценивает представленные работы по их интеллектуальному содержанию, невзирая на расу, пол, сексуальную ориентацию, религию, этническое происхождение, гражданство или политические взгляды автора.

3. Главный редактор, сотрудники редакции, члены редколлегии не должны раскрывать информацию о представленной рукописи кому-либо другому, за исключением автора, рецензентов, потенциальных рецензентов, а также издателя.

4. Сведения, содержащиеся в представленной статье, не должны использоваться в какой-либо собственной работе главного редактора и членов редсовета и редколлегии без письменного разрешения автора. Конфиденциальная информация или идеи, полученные при рецензировании, должны храниться в секрете и не использоваться для получения личной выгоды.

5. Главному редактору следует отказаться от своего участия в рецензировании в случае, если присутствует конфликт интересов, проистекающий из конкуренции, сотрудничества или других отношений с кем-либо из авторов, компаний или учреждений, имеющих отношение к статье.

6. Главному редактору следует требовать от всех авторов журнала предоставлять сведения о соответствующих конкурирующих интересах и публиковать исправления, если конфликт интересов был разоблачен после публикации. В случае необходимости, может выполняться другое подходящее случаю действие, такое как публикация опровержения или выражения озабоченности.

7. Главному редактору следует принимать разумно быстрые меры при поступлении жалоб этического характера в отношении представленной рукописи или опубликованной статьи, имея контакт с редакцией, издателем.

Обработка жалоб и апелляций

В случае поступления жалоб и аппеляций назначается комиссия, в состав которой могут входить: издатель, главный редактор, заместитель главного редактора, члены редакционной коллегии, авторы и специалисты, компетентные в рассматриваемых вопросах. Проводится расследование, результаты которого доводятся всем заинтересованным лицам. При необходимости и в соответствии с законодательством материалы передаются в соответствующие государственные органы.

Политика раскрытия и конфликты интересов/конкурирующих интересов

Неопубликованные данные, полученные из представленных к рассмотрению рукописей, нельзя использовать в личных исследованиях без письменного согласия Автора.

Информация или идеи, полученные в ходе рецензирования и связанные с возможными преимуществами, должны сохраняться конфиденциальными и не использоваться с целью получения личной выгоды.

Редакторы и рецензенты не должны участвовать в рассмотрении рукописей в случае наличия конфликтов интересов вследствие конкурентных, совместных и других взаимодействий и отношений с любым из авторов, компаниями или другими организациями, связанными с представленной работой.

Политики журнала в отношении обмена данными и воспроизводимости

Статьи из журнала (метаданные статей) размещаются в открытом доступе на сайте журнала и на сайтах различных систем цитирования (баз данных). Авторы публикуемых в журнале материалов допускают использование контента в соответствии с лицензией Creative Commons CC-BY «Attribution» («Атрибуция»). Эта лицензия позволяет другим распространять, редактировать, поправлять и брать за основу произведение авторов, даже коммерчески, до тех пор, пока они указывают ваше авторство. Лицензия рекомендована для максимального распространения и использования лицензированных материалов.

Политика журнала в отношении обмена данными и воспроизводимости в конечном итоге способствует более «открытой» науке, а открытость научной информации есть гарант исследований и инноваций высокого качества.

Этический надзор за опубликованными материалами

Издатель и главный редактор должны работать над защитой репутации опубликованных материалов путем изучения и оценки заявленных или предполагаемых нарушений (исследований, публикаций, рецензий и редакторской деятельности) совместно с научным сообществом.

Это включает в себя взаимодействие с автором рукописи или тщательное рассмотрение соответствующей жалобы или высказанных претензий. Для выявления таких нарушений, как плагиат, редактор должен пользоваться соответствующими лицензионными системами.

Главный редактор, получивший убедительное свидетельство нарушения, должен сообщить об этом издателю, членам редколлегии, организуя немедленное уведомление автора о необходимости внесения поправок или отзыва публикации, в зависимости от ситуации.

Заимствования и плагиат

Редакция журнала «Нанотехнологии в строительстве» при рассмотрении статьи может произвести проверку материала с помощью системы Антиплагиат. В случае обнаружения многочисленных заимствований редакция действует в соответствии с правилами COPE.

Интеллектуальная собственность

Редакторы должны внимательно относиться к вопросам, касающимся интеллектуальной собственности, и взаимодействовать с издателем при урегулировании случаев возможных нарушений законов и соглашений об охране интеллектуальной собственности.

Редакторы, кроме применения инструментов обнаружения плагиата, могут также:

– поддерживать авторов, чье авторское право было нарушено, или тех, кто стал жертвой плагиата;
– быть готовыми к совместной работе с издателем по защите авторских прав и к преследованию нарушителей (например, путём подачи запросов для отзыва статей или удаления материалов с веб-сайтов).

Обсуждение работ, опубликованных в журнале. Исправления после публикаций

Редакторы должны быть открытыми для исследований, которые оспаривают предыдущие работы, опубликованные в журнале; поощрять и с готовностью рассматривать обоснованную критику работ, публикуемых в их журнале.

Авторы критикуемых материалов должны иметь возможность ответить на критику. Работы, сообщающие только об отрицательных результатах, также могут публиковаться.

Политика размещения препринтов и постпринтов

В процессе подачи статьи автору необходимо подтвердить, что статья не была опубликована или не была принята к публикации в другом научном журнале. При ссылке на опубликованную в журнале «Нанотехнологии в строительстве» статью издательство просит размещать ссылку (полный URL материала) на официальный сайт журнала.

К рассмотрению допускаются статьи, размещенные ранее авторами на личных или публичных сайтах, не относящихся к другим издательствам.

О процедурах в случае злоупотреблений (нарушений)

Издатель, главный редактор, каждый сотрудник редакции, член редакционной коллегии, автор, рецензент и читатель обязаны соблюдать этику научных публикаций в журнале действующих законов, правил или положений и обязуются сообщать о любых известных случаях уже совершенного или потенциального злоупотребления (нарушения).

Редакцией журнала незамедлительно проводится расследование по всем сообщениям о злоупотреблениях (нарушениях) и, если информация подтверждается, принимаются меры по устранению злоупотреблений (нарушений). Если это требуется в соответствии с законодательством, материалы передаются в соответствующие государственные органы.

На все претензии авторов редакция предоставляет развернутые и обоснованные ответы, прилагая все усилия для разрешения конфликтных ситуаций.

AUTHOR GUIDELINES

Admission of articles

The authors submit to the editors:

- electronic manuscript by e-mail: info@nanobuild.ru;
- accompanying letter (the editors send the sample of the letter to the authors on demand).

The authors of the materials published in the journal permit using their content according to the license Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0); agree to publish full texts (parts or metadata) of the paper in free access in Internet at the official website of the edition (www.nanobuild.ru), citation systems (data bases). All that authors indicate in the cover letter. More details about the license Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0) are available here https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/.

When submitting articles to the journal, it is presumed that:

- the work has not been previously published in any other journal;
- the article is not under consideration in any other journal;
- all co-authors consent to the publication of the article;
- there is implicit or explicit consent of the organization in which the study was conducted.

Information about the conflict of interest

The article should exclude any actual or potential conflict of interest. If there is no conflict of interest, you should write that «the author declares no conflict of interest.»

When submitting a manuscript to the journal, authors should ensure that the content of the paper corresponds the topic of the journal; the structure and the format of the paper meet the editorial requirements; all citations are properly formatted and the source of tables and figures are shown (unless otherwise indicated, it is assumed that the tables and figures created by the author).

Basic the sections of the journal:

- construction material science;
- the study of the properties of nanomaterials;
- the results of the specialists' and scientists' researches;
- manufacturing technology for building materials and products;
- international scientific and technical cooperation;
- overview of inventions in the field of nanotechnology;
- development of new materials;
- rational use of natural sources;
- efficient use of recycled resources;
- the application of nanotechnology and nanomaterials in construction;
- system solutions for technological problems;
- in related sectors;
- forums, exhibitions, conferences and events in the area of construction and nanoindustry.

These are the topics of the papers published in the journal: creation of new functional materials; nanostructured systems strength and penetrability formation theory development; the problems of nanomaterials and nanotechnologies implementation in construction and building materials; cement and other binders with mineral and organic additives; diagnostics of building systems nanostructures and nanomaterials; modification of building materials with nanofibers; disperse composite materials with nanocoating; formation of nanostructure coatings by means of laser sputtering; technologies aimed at studying nanomaterial properties; the systems of teaching the fundamentals of nanotechnologies; technological principles of nanostructures creation (liquid melts, sol and gel synthesis). The topics may be different, directly or indirectly related to the areas mentioned above.

The journal can also publish: original article, review article, editorial, discussion paper, individual bibliography, editorial notes, book reviews, article reviews, etc.

The structure of the paper

IN ENGLISH

NAME OF THE SECTION (In English)
Original article (review article, editorial, discussion paper, individual bibliography, editorial notes, book reviews, article reviews, etc.) (In English)
https://doi.org/10.15828/2075-8545-202X-x-x-x-x

Title (In English)
Authors' first name and last name (In English)
place of employment of each author, city, country (In English)
(*name of institution (organization) at which the author works or studies is given without legal form: Ltd, SOE, etc.*)
*Corresponding author: e-mail: xxxxxxxxxx

ORCID author:
first name and last name – https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx

Abstract: the source of information, which is independent on the paper and which allows Russian and foreign specialists to make conclusion about the quality of the content of the paper (extended abstracts must be informative, original, novelty, contain main results of research, structured according to IMRAD (Introduction, Methods and Materials, Results and Discussion), compact – 200–250 words) (In English):
Abstract: Introduction... Methods and Materials... Results... Discussion... Conclusion...
Keywords: (In English)
Acknowledgments: (if available) (In English)
For citation: (In English)

Example.
For citation: Sinitsin D.A., Shayakhmetov U.Sh., Rakhimova O.N., Khalikov R.M., Nedoseko I.V. Nanostructured foam ceramics for building purposes: production technology and applications. *Nanotechnologies in Construction.* 2021; 13(4): 213–221. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221.

© authors, 2021

Text of the paper: (In English, number of words 3000–6000)
- **INTRODUCTION**
- **METHODS AND MATERIALS**
- **RESULTS**
- **DISCUSSION**
- **CONCLUSIONS**

References (In English) (Vancouver Style)

Information about the author (authors) (In English)
– first name, last name (full);
– academic degree;
–name of institution (organization) and its department at which the author works or studies is given without legal form: Ltd, SOE, etc.;
– address of the institution (organization), its department at which the author works or studies (city and country);
– authors' e-mail address;
– Open Researcher and Contributor ID (ORCID) (if available).

E-mail address is given without word "e-mail" and is not followed by dot. ORCID is given as an electronic address in Internet and is not followed by dot. Name of institution (organization), its address, e-mail address and ORCID of the author are separated with a comma.

The editors can give additional information about the author: position, honorary title, membership in organizations, etc.

Example.
Zhanna V. Pisarenko – Dr. Sci. (Econ.), Assistant Professor, Saint-Petersburg State University, Economic Faculty, Department of Risk Management and Insurance, Saint-Petersburg, Russia,
z.pisarenko@spbu.ru, https://orcid.org/0000-0002-9082-2897

Contribution of the authors (In English):
author's last name and initials; author's personal contribution in article writing is briefly described (concept, collection of materials, analytical work, article writing, scientific editing of the text, all authors made equal contribution to preparation of the article, etc.).

Example.
Marina S. Morozova – scientific management; research concept; methodology development; participation in development of curricula and their implementation; writing the draft; final conclusions.
Elena V. Bokova – participation in development of curricula and their implementation; follow-on revision of the text; final conclusions.

The authors declare no conflicts of interests.

The article was submitted XX.XX.202X; approved after reviewing XX.XX.202X; accepted for publication XX.XX.202X.

IN RUSSIAN

NAME OF THE SECTION (In Russian)
Original article (review article, editorial, discussion paper, individual bibliography, editorial notes, book reviews, article reviews, etc.) (In Russian)
https://doi.org/10.15828/2075-8545-202X-x-x-x-x

Title (In Russian)
Authors' first name and last name (In Russian)
place of employment of each author, city, country (In Russian)
(*name of institution (organization) at which the author works or studies is given without legal form: Ltd, SOE, etc.*)
* Corresponding author: e-mail: xxxxxxxxxx

ORCID author:
first name and last name (In Russian) - https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx

Abstract: the source of information, which is independent on the paper and which allows
Russian and foreign specialists to make conclusion about the quality of the content of the paper (extended abstracts must be informative, original, novelty, contain main results of research, structured according to IMRAD (Introduction, Methods and Materials, Results and Discussion), compact – 200–250 words) (In Russian):
Abstract: Introduction... Methods and Materials... Results... Discussion... Conclusion...
Keywords: (In Russian)
Acknowledgments: (if available) (In Russian)
For citation: (In Russian)

Example.
Для цитирования: Синицин Д.А., Шаяхметов У.Ш., Рахимова О.Н., Халиков Р.М., Недосеко И.В. Наноструктурированная пенокерамика строительного назначения: технология производства и применения // Нанотехнологии в строительстве. 2021. Т. 13, № 4. С. 213–221. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221.

© authors, 2021

Text of the paper: (In Russian, number of words 3000–6000)
- **INTRODUCTION**
- **METHODS AND MATERIALS**
- **RESULTS**
- **DISCUSSION**
- **CONCLUSIONS**

References (In Russian) (Vancouver Style)

Information about the author (authors) (In Russian)
– first name, last name (full);
– academic degree;
–name of institution (organization) and its department at which the author works or studies is given without legal form: Ltd, SOE, etc.;
– address of the institution (organization), its department at which the author works or studies (city and country);
– authors' e-mail address;
– Open Researcher and Contributor ID (ORCID) (if available).

E-mail address is given without word "e-mail" and is not followed by dot. ORCID is given as an electronic address in Internet and is not followed by dot. Name of institution (organization), its address, e-mail address and ORCID of the author are separated with a comma.

The editors can give additional information about the author: position, honorary title, membership in organizations, etc.

Example.
Писаренко Жанна Викторовна – д-р экон. наук, доцент кафедры управления рисками и страхования экономического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, Санкт-Петербург, Россия, z.pisarenko@spbu.ru, https://orcid.org/0000-0002-9082-2897

Contribution of the authors (In Russian):
author's last name and initials; author's personal contribution in article writing is briefly described (concept, collection of materials, analytical work, article writing, scientific editing of the text, all authors made equal contribution to preparation of the article, etc.).

Пример.
Морозова М.С. – научное руководство; концепция исследования; развитие методологии; участие в разработке учебных программ и их реализации; написание исходного текста; итоговые выводы.
Бокова Е.В. – участие в разработке учебных программ и их реализации; доработка текста; итоговые выводы.

The authors declare no conflicts of interests. (In Russian)

The article was submitted XX.XX.202X; approved after reviewing XX.XX.202X; accepted for publication XX.XX.202X. (In Russian)

Manuscript text

File format
The editors accept texts saved using Microsoft Word in .rtf format.

Text layout
- Use the font Times New Roman, font size – 14 pt., and 1.5 line spacing;
- Do not use an underscore in the text (for subtitles – use bold, to highlight text – use italics);
- Non-Russian languages titles (journals, organizations, etc.) should be left in the original, enclosed in quotes.

Abbreviations

All abbreviations should be defined when first used. If the article contains a large number of abbreviations, a list deciphering each of them can be included before the text of the article

Tables and Figures

All tables and figures must be numbered and identified, they should be a reference in the text. The tables should not contain empty columns. Figures should be of good quality, suitable for printing. Figures should be submitted together with the article, with each figure submitted as an individual file.

One way to check the quality of the image, is to increase its size using any image manipulation software. A high quality image is not burred or distorted when enlarged.

Footnotes

If necessary, use footnotes with continuous numbering (Arabic numerals) throughout the document. Footnotes can be quotes from the works mentioned in the text, for more information.

Citations and bibliography

The journal requires the use of the Vancouver citation style (a reference in the text in square brackets, full bibliographic description of the source in the bibliography in the order mentioned in the text of the article).

References

The list of references includes sources used in the text.

References accepted for publication but not yet published articles must be labeled with the words "in press"; authors should obtain written permission to refer to these documents and evidence that they are accepted for publication. Information from unpublished sources must be marked with the words "unpublished data / documents," the authors must also receive written confirmation of the use of such materials. The journal adopted the Vancouver style of reference design and citation.

Copyright Notice

Authors who publish in journal agree to the following:

1. Authors retain copyright of the work and provide the journal right of first publication of the work.
2. The authors retain the right to enter into certain contractual agreements relating to the non-exclusive distribution in the published version of the work here form (eg, post it to an institutional repository, the publication of the book), with reference to its original publication in this journal.
3. The authors have the right to post their work on the Internet (eg in the institute store or personal website) prior to and during the review process of its data log, as this may lead to a productive discussion and a large number of references to this work.

Privacy Statement

Specified when registering the names and addresses will be used solely for technical purposes of a contact with the Author or reviewers (editors) when preparing the article for publication. Private data will not be shared with other individuals and organizations.

ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

Прием статей

Авторы представляют в редакцию:

- рукописи в электронном виде по e-mail: info@nanobuild.ru;
- сопроводительное письмо (редакция высылает авторам образец по их предварительному запросу).

Авторы публикуемых в журнале материалов допускают использование контента в соответствии с лицензией Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0); согласны с размещением в открытом доступе полных текстов статей (их составных частей или метаданных) в Интернете на сайте издания (www.nanobuild.ru), в системах цитирования (базах данных). Об этом авторы указывают в сопроводительном письме. Подробно о лицензии Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0)смотрите здесь https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.ru.

Представление статьи в журнал подразумевает, что:

- работа не была опубликована ранее в другом журнале;
- не находится на рассмотрении в другом журнале;
- все соавторы согласны с публикацией статьи;
- получено согласие – неявное или явное – организации, в которой исследование было проведено.

Информация о конфликте интересов

В статье следует указать на реальный или потенциальный конфликт интересов. Если конфликта интересов нет, то следует написать, что «автор заявляет об отсутствии конфликта интересов».

При представлении рукописи в журнал авторы должны убедиться, что содержание статьи соответствует тематике журнала; структура статьи и оформление соответствуют требованиям редакции; все цитирования оформлены корректно, указаны источники для таблиц и рисунков (если не указано иное, предполагается, что таблицы и рисунки созданы автором).

Основные разделы журнала:

- строительное материаловедение;
- исследование свойств наноматериалов;
- результаты исследований ученых и специалистов;
- технологии производства строительных материалов и изделий;
- международное научно-техническое сотрудничество;
- обзор изобретений в области наноиндустрии
- разработка новых материалов;
- рациональное использование природных ресурсов;
- эффективное использование вторичного сырья;
- применение нанотехнологий и наноматериалов в строительстве;
- системные решения технологических проблем;
- в смежных отраслях;
- форумы, выставки, конференции, мероприятия строительной отрасли и наноиндустрии.

В журнале публикуются работы по следующим темам: создание новых функциональных материалов; разработка теории формирования прочности и непроницаемости наноструктурированных систем; проблемы применения наноматериалов и нанотехнологий в строительстве и строительных материалах; цементные и другие вяжущие с минеральными и органическими добавками; диагностика наноструктур и наноматериалов строительных систем; технологии исследования свойств наноматериалов; модифицирование строительных материалов нановолокнами; дисперсные композиционные материалы с нанопокрытием; формирование наноструктурных покрытий лазерным напылением; системы преподавания основ нанотехнологий; технологические принципы создания наноструктур (расплавы, золь-гелевый синтез и др.). Тематика статей может быть иной, прямо или косвенно связанной с перечисленными направлениями.

Журнал принимает к публикации: научные статьи, обзорные статьи, редакционные статьи, дискуссионные статьи, редакторские заметки, рецензии на книгу, рецензии на статью и т. п.

Структура статьи (в соответствии с ГОСТ Р 7.0.7–2021)

НА АНГЛИЙСКОМ ЯЗЫКЕ

НАЗВАНИЕ РУБРИКИ ИЛИ РАЗДЕЛА ЖУРНАЛА (In English)
Original article (review article, editorial, discussion paper, individual bibliography, editorial notes, book reviews, paper reviews, etc.) (In English)
https://doi.org/10.15828/2075-8545-202X-x-x-x-x

Заглавие статьи (In English)
Имя Отчество (при наличии) **Фамилия автора** (-ов) (In English)
обязательное указание места работы каждого автора, город, страна (In English)
(наименование организации (учреждения), где работает или учится автор указывается без обозначения организационно-правовой формы юридического лица: ФГБУН, ФГБОУ ВО, ПАО, АО и т.п.)
* Corresponding author: e-mail: xxxxxxxxxx

ORCID автора (-ов):
Фамилия и инициалы – https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx

Abstract: независимый от статьи источник информации, который позволяет ученым и специалистам сделать вывод о качестве и содержании статьи (резюме должны быть информационными, оригинальными, содержать новизну, основные результаты исследований, структурированными по IMRAD (**Introduction, Methods and Materials, Results, Discussion, Conclusion**), компактными – укладываться в 200–250 слов) (на английском языке):
Abstract: Introduction… Methods and Materials… Results… Discussion…Conclusion…
Keywords: (In English)
Acknowledgments: (при наличии) (In English)
For citation: (In English)

Пример.
For citation: Sinitsin D.A., Shayakhmetov U.Sh., Rakhimova O.N., Khalikov R.M., Nedoseko I.V. Nanostructured foam ceramics for building purposes. *Nanotechnologies in Construction.* 2021;13(4):213–221. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221.

© authors, 2021

Статья ((In English) объем – 3–6 тыс. слов):
- **INTRODUCTION**
- **METHODS AND MATERIALS**
- **RESULTS**
- **DISCUSSION**
- **CONCLUSION**

References (In English) (согласно Vancouver Style)

Information about the author (authors) (In English)
– имя, отчество, фамилия автора (полностью);
– ученое звание;
– ученая степень;
– наименование организации (учреждения), ее подразделения, где работает или учится автор (без обозначения организационно-правовой формы юридического лица: ФГБУН, ФГБОУ ВО, ПАО, АО и т. п.);
– адрес организации (учреждения), ее подразделения, где работает или учится автор (город и страна);

– электронный адрес автора (e-mail);
– открытый идентификатор ученого (Open Researcher and Contributor ID – ORCID) (при наличии).

Электронный адрес автора приводят без слова "e-mail", после электронного адреса точку не ставят. ORCID приводят в форме электронного адреса в сети «Интернет». В конце ORCID точку не ставят. Наименование организации (учреждения), ее адрес, электронный адрес и ORCID автора отделяют друг от друга запятыми.

Редакция издания может расширить дополнительные сведения об авторе: указать его должность, почетные звания, членство в организациях и т. п.

Пример.
Zhanna V. Pisarenko – Dr. Sci. (Econ.), Assistant Professor, Saint-Petersburg State University, Economic Faculty, Department of Risk Management and Insurance, Saint-Petersburg, Russia,
z.pisarenko@spbu.ru, https://orcid.org/0000-0002-9082-2897

Contribution of the authors (In English):
имя, первая буква отчества и фамилия автора; в краткой форме описывается личный вклад автора в написание статьи (идея, сбор материала, обработка материала, написание статьи, научное редактирование текста, все авторы сделали эквивалентный вклад (равный вклад) в подготовку публикации и т. д.).

Пример.
Marina S. Morozova – scientific management; research concept; methodology development; participation in development of curricula and their implementation; writing the draft; final conclusions.
Elena V. Bokova – participation in development of curricula and their implementation; follow-on revision of the text; final conclusions.

The authors declare no conflicts of interests.

The article was submitted XX.XX.202X; approved after reviewing XX.XX.202X; accepted for publication XX.XX.202X.

НА РУССКОМ ЯЗЫКЕ

НАЗВАНИЕ РУБРИКИ ИЛИ РАЗДЕЛА ЖУРНАЛА (на русском языке)
Научная статья (обзорная статья, редакционная статья, дискуссионная статья, персоналии, редакторская заметка, рецензия на книгу, рецензия на статью и т. п.) (на русском языке)
УДК XXX
https://doi.org/10.15828/2075-8545-202X-x-x-x-x

Заглавие статьи (на русском языке)
Имя Отчество (при наличии) **Фамилия автора** (-ов) (на русском языке)
обязательное указание места работы каждого автора, город, страна (на русском языке)
(*наименование организации (учреждения), где работает или учится автор указывается без обозначения организационно-правовой формы юридического лица: ФГБУН, ФГБОУ ВО, ПАО, АО и т. п.*)
* Автор, ответственный за переписку: e-mail: xxxxxxxxxx

ORCID автора (-ов):
Фамилия и инициалы – https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx

Аннотация (или **Резюме):** независимый от статьи источник информации, который позволяет ученым и специалистам сделать вывод о качестве и содержании статьи (резюме должны быть информационными, оригинальными, содержать новизну, основные результаты исследований, структурированными по IMRAD (введение, методы и материалы, результаты, обсуждение, заключение (выводы)), компактными – укладываться в 200–250 слов) (на русском языке):
Аннотация (или **Резюме): Введение… Методы и материалы… Результаты… Обсуждение… Заключение (выводы)…**
Ключевые слова: (на русском языке)

Благодарности: (при наличии) (на русском языке)
Для цитирования: (на русском языке)

Пример.
Для цитирования: Синицин Д.А., Шаяхметов У.Ш., Рахимова О.Н., Халиков Р.М., Недосеко И.В. Наноструктурированная пенокерамика строительного назначения // Нанотехнологии в строительстве. 2021. Т. 13, № 4. С. 213–221. https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-4-213-221.

© авторы, 2021

Статья (на русском языке, объем – 3–6 тыс. слов):
- **Введение**
- **Методы и материалы**
- **Результаты**
- **Обсуждение**
- **Заключение (выводы)**

Список источников (на языке оригинала статьи – русском или английском)

Информация об авторе (-ах) (на русском языке)
– фамилия имя отчество автора (полностью);
– ученое звание;
– ученая степень;
– наименование организации (учреждения), ее подразделения, где работает или учится автор (без обозначения организационно-правовой формы юридического лица: ФГБУН, ФГБОУ ВО, ПАО, АО и т. п.);
– адрес организации (учреждения), ее подразделения, где работает или учится автор (город и страна);
– электронный адрес автора (e-mail); – открытый идентификатор ученого (Open Researcher and Contributor ID – ORCID) (при наличии).

Электронный адрес автора приводят без слова "e-mail", после электронного адреса точку не ставят. ORCID приводят в форме электронного адреса в сети «Интернет». В конце ORCID точку не ставят. Наименование организации (учреждения), ее адрес, электронный адрес и ORCID автора отделяют друг от друга запятыми.

Редакция издания может расширить дополнительные сведения об авторе: указать его должность, почетные звания, членство в организациях и т. п.

Пример.
Писаренко Жанна Викторовна – д-р экон. наук, доцент кафедры управления рисками и страхования экономического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, г. Санкт-Петербург, Россия, z.pisarenko@spbu.ru, https://orcid.org/0000-0002-9082-2897

Вклад авторов (на русском языке):
– фамилия инициалы автора;
– в краткой форме описывается личный вклад автора в написание статьи (идея, сбор материала, обработка материала, написание статьи, научное редактирование текста, все авторы сделали эквивалентный вклад (равный вклад) в подготовку публикации и т. д.).

Пример.
Морозова М.С. – научное руководство; концепция исследования; развитие методологии; участие в разработке учебных программ и их реализации; написание исходного текста; итоговые выводы.
Бокова Е.В. – участие в разработке учебных программ и их реализации; доработка текста; итоговые выводы.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Статья поступила в редакцию XX.XX.202X; одобрена после рецензирования XX.XX.202X; принята к публикации XX.XX.202X.

Оформление текста рукописи

Формат

Редакция принимает тексты, сохраненные в программе Microsoft Word в формате .rtf.

Оформление

- используйте шрифт 14 Times New Roman и интервал 1,5 строки;
- не используйте подчеркивание внутри текста (для подзаголовков используйте полужирное начертание, для выделения в тексте – курсив);
- иностранные названия (журналов, организаций и т.д.) следует оставлять в оригинале, заключать в кавычки.

Аббревиатуры

Все аббревиатуры должны быть расшифрованы при первом употреблении. Если аббревиатур много, можно сделать список с расшифровкой каждой из них перед текстом статьи.

Таблицы и рисунки

Все таблицы и рисунки должны быть пронумерованы и названы, на них должна быть отсылка в тексте статьи. В таблицах не должно быть пустых граф. Рисунки должны быть хорошего качества, пригодные для печати. Прикладываются к статье отдельными файлами.

Чтобы проверить качество изображения, можно увеличить его. Хорошее изображение не размывается при увеличении.

Сноски

При необходимости используются сноски со сквозной нумерацией (арабские цифры) по всему документу. В сносках могут быть цитаты из работ, которые упоминаются в тексте, дополнительная информация.

Оформление цитат и списка литературы

В журнале принят Ванкуверский стиль цитирования (отсылка в тексте в квадратных скобках, полное библиографическое описание источника в списке литературы в порядке упоминания в тексте статьи).

Список источников

В список литературы включаются источники, используемые в тексте статьи. Ссылки на принятые к публикации, но еще не опубликованные статьи, должны быть помечены словами «в печати»; авторы должны получить письменное разрешение для ссылки на такие документы и подтверждение того, что они приняты к печати. Информация из неопубликованных источников должна быть отмечена словами «неопубликованные данные/документы», авторы также должны получить письменное подтверждение на использование таких материалов.

Оформление ссылок на источники, библиографических ссылок осуществляется в соответствии с ГОСТ Р 7.0.7–2021.

Авторские права

Авторы, публикующиеся в журнале, соглашаются со следующим:

1. Авторы сохраняют за собой авторские права на работу и предоставляют журналу право первой публикации работы.

2. Авторы сохраняют право заключать отдельные контрактные договоренности, касающиеся неэксклюзивного распространения версии работы в опубликованном здесь виде (например, размещение ее в институтском хранилище, публикацию в книге), со ссылкой на ее оригинальную публикацию в этом журнале.

3. Авторы имеют право размещать их работу в сети Интернет (например, в институтском хранилище или на персональном сайте) до и во время процесса рассмотрения ее данным журналом, так как это может привести к продуктивному обсуждению и большему количеству ссылок на данную работу.

Приватность

Имена и адреса электронной почты, введенные на сайте этого журнала, будут использованы исключительно для целей, обозначенных этим журналом, и не будут использованы для каких-либо других целей или предоставлены другим лицам и организациям.