

Никифоров Е. А., канд. техн. наук,
Логанина В. И., д-р техн. наук, проф.,
Симонов Е. Е., аспирант

Пензенский государственный университет архитектуры и строительства

ВЛИЯНИЕ ЩЕЛОЧНОЙ АКТИВАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ДИАТОМИТА*

postman@diatomit.ru

Приведены сведения о структуре и свойствах диатомита, активированного гидрооксидом натрия. Выявлено, что микроструктура поверхности активированного диатомита, исследованная методом сканирующей зондовой микроскопии, характеризуется развитым рельефом. Установлен показатель фрактальной размерности поверхностного фрактала. Показано изменение фазового состава активированного диатомита и известковых композиций с его применением.

Ключевые слова: диатомит, известковая смесь, активация, метод зондовой микроскопии.

Введение

За последние годы вырос интерес исследователей и практиков к применению диатомита как сырья композитов различного функционального назначения. При производстве бетонов, растворов на основе минеральных вяжущих способность связывать гидрооксид кальция в присутствии воды при обычных температурах обусловлена количеством в диатомитах аморфного SiO_2 , содержание которого может колебаться от 40% до 100% к общему количеству SiO_2 . В патентной и научно-технической литературе описаны способы активации диатомита, способствующие увеличению содержания кремнезема в аморфном виде либо созданию дополнительных химических связей. В [1] описан способ активации, заключающийся в термообработке диатомита при температуре 800-900°C. Авторами установлено изменение кислотно-основных центров на поверхности диатомита, однако такой способ активации предусматривает повышенные энергозатраты.

Нами предложена щелочная активация диатомита, заключающаяся в совместном помолу диатомита и гидроксида натрия. Выбор гидроксида натрия обусловлен возможностью образования при совместном помолу щелочных силикатов, способствующих в дальнейшем взаимодействию с известью.

Экспериментальная часть

В работе применяли диатомит Инзенского месторождения. Активацию диатомита проводили путем совместного помола в шаровых мельницах с гидрооксидом натрия в различных соотношениях. Помол осуществлялся в шаровой мельнице до величины удельной поверхности $S_{уд}$, составляющей $S_{уд} = 11248 \text{ см}^2/\text{г}$. При рентге-

нофазовом анализе (РФА) установлено наличие в диатомите монтмориллонитовых минералов и кремнезема. Кремнезёмистая составляющая диатомита представлена аморфной фазой с присутствием кристаллической фазы в виде β -кварца. На рентгенограмме образцов, полученных совместным помолом диатомита и гидроксида натрия NaOH в соотношении 1:0,2, присутствуют дополнительно дифракционные линии (Å) следующих соединений:

-гидросиликаты натрия: 2,555; 2,449; 2,364; 1,815;

-карбонат натрия: 1,706; 1,668; 1,404.

Анализ рентгенограмм образцов показывает, что степень закристаллизованности образцов невысокая.

Для оценки структуры поверхности диатомита применяли методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), в частности, использовался атомно-силовой микроскоп. АСМ-изображения получались в комнатной атмосфере в контактном режиме с силой 55 нН с использованием кремниевых кантилеверов, имеющих радиус закругления острия 15 нм [2].

Характерный вид исходной поверхности диатомита, активированного гидрооксидом натрия в соотношении 1:0,2, показан на АСМ-изображении на рис. 1, а вместе с поперечным сечением рельефа вдоль линии, показанном на рис. 1, б.

Хорошо видно периодическое чередование светлых и темных полос в изображении, что говорит об изменении высоты поверхностного рельефа при переходе от слоя к слою. Шероховатость поверхности равна $R_a = 154 \text{ нм}$. Максимальная высота рельефа составляет 886 нм на пути длиной 3,092 мкм. Высота рельефа, рав-

ная 257 нм, составляет 50-95 % поверхности, а 10-50 % - 293 нм. Значение фрактальной размерности поверхностного фрактала, который является интегральной количественной мерой структурности объектов, составляет $D=2,66$, что также свидетельствует о развитой поверхности [3].

Поверхность содержит определенное количество пор, отличающихся друг от друга по форме и размерам. Результаты исследований свидетельствуют, что преобладают поры диаметром от 80 до 200 нм, их удельный вес составляет 70,6 % (рис. 2).

Эффективность активации оценивали по показателям прочности известково-диатомовых композитов. Предварительными исследованиями установлено оптимальное соотношение известь-диатомит, составляющее 1:4. В работе применяли известь 3 сорта с активностью 72 %. Образцы формовались с водоизвестковым отношением В/И, равным $V/I=2,8$, и твердели в воздушно-сухих условиях при температуре окружающего воздуха 18-20 °С и относительной влажности 60-70 %.

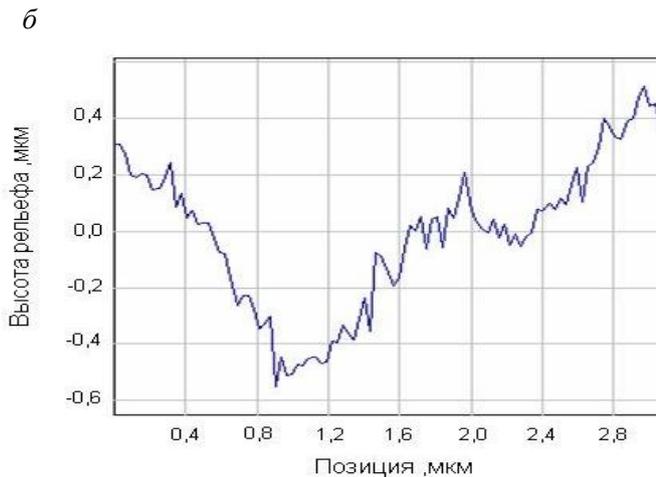
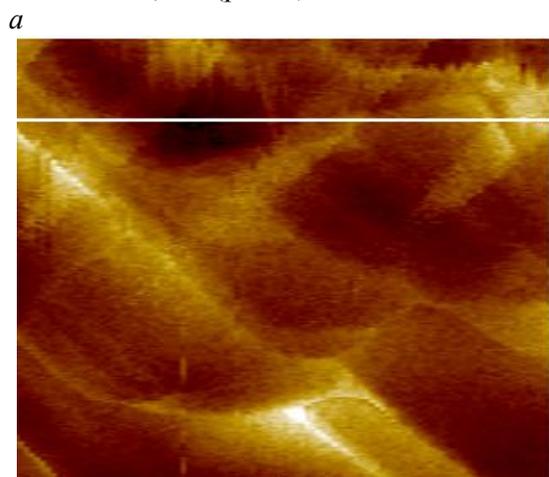


Рисунок 1. АСМ-изображение поверхности диатомита, активированного гидрооксидом натрия в соотношении 1:0,2 (а) и рельефа поверхности (б), построенного вдоль соответствующей линии

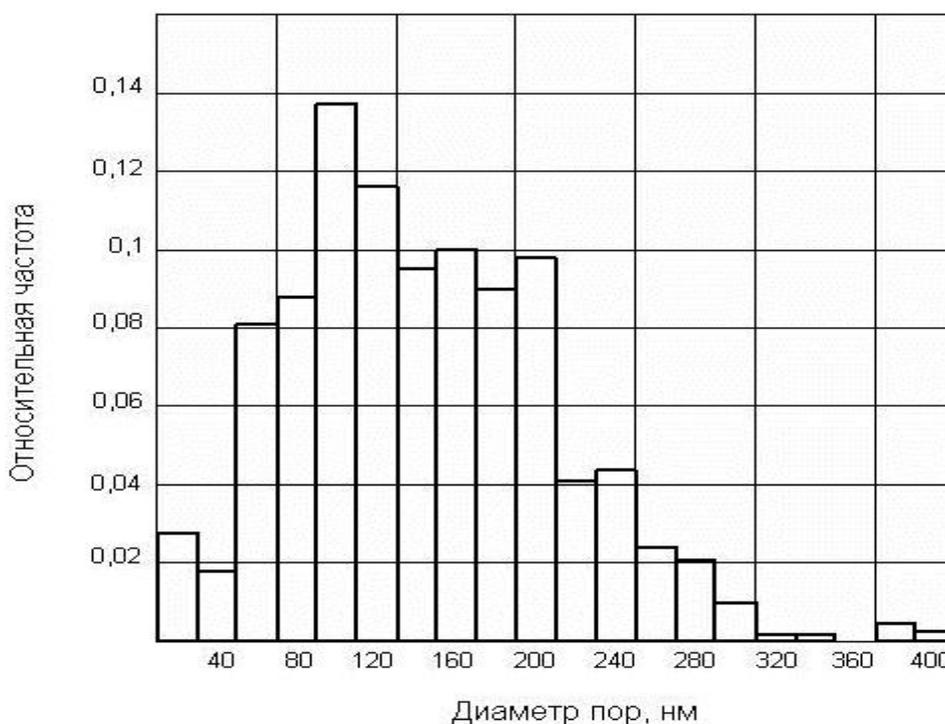


Рисунок 2. Гистограмма распределения диаметра пор диатомита, активированного гидрооксидом натрия в соотношении 1:0,2

Результаты испытания образцов на прочность при сжатии

Состав	Прочность при сжатии, МПа		
	Время твердения, сут		
	7	14	28
Состав 1:4, диатомит исходный	1,23	1,35	1,6
Состав 1:4, диатомит, активированный NaOH в соотношении 1:0,6	1,30	1,98	4,26
Состав 1:4, диатомит, активированный NaOH в соотношении 1:0,2	1,57	2,64	6,24

Данные, приведенные в таблице, свидетельствуют, что щелочная активация диатомита способствует повышению прочности известково-диатомовых композитов. Так, прочность при сжатии в возрасте 28 суток твердения контрольных образцов составляет $R_{сж} = 1,6$ МПа, а составов на активированном диатомите при соотношении диатомит:гидроксид натрия = 1:0,6 - 4,26 МПа. Более высокой прочностью обладает известковый композит, рецептура которого содержит диатомит, активизированный гидроксидом в соотношении 1:0,2. Прочность при сжатии составляет $R_{сж} = 6,24$ МПа.

Рентгенофазовый анализ подтвердил высказанное предположение об эффективности активации диатомита гидроксидом натрия. На рентгенограмме образцов, полученных в возрасте 28 суток воздушно-сухого твердения известковых композиций с применением активированного диатомита, дополнительно идентифицируются гидросиликаты кальция-натрия ($d(A): 2,754; 2,282; 2,236; 1,960$), что вызывает дополнительный прирост прочности, как указано в таблице.

Выводы

Установлено, что введение в известковые составы наполнителей на основе диатомита, активизированного совместным измельчением с гидроксидом натрия, приводит к повышению

прочности при сжатии в 4 раза. Методом рентгенофазового анализа выявлено, что получаемый тонкодисперсный наполнитель, активизированный гидроксидом натрия дополнительно содержит, гидросиликаты натрия и карбонаты натрия. Микроструктура поверхности активированного диатомита, исследованная методом сканирующей зондовой микроскопии, характеризуется развитым рельефом, показатель фрактальной размерности составляет 2,66.

**Работа выполнялась в рамках госконтракта с Министерством образования и науки РФ № 13.G25.31.0092.*

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Логанина, В. И. Влияние дисперсности извести на физико-механические свойства отделочного состава [Текст] / В.И. Логанина., И.С. Великанова. // Известия вузов. Строительство. - Новосибирск. - 2004 - № 10-С. 57-59.
2. Арутюнов, П. А. Система параметров для анализа шероховатости поверхности материалов в сканирующей зондовой микроскопии [Текст] / П.А. Арутюнов, А.Л. Толстихина., В.И.Демидов // Законодательная и прикладная метрология. - 1999.-Т. 65.- № 8.- С. 27-37.
3. Олемской, А. И. Использование концепции фрактала в физике конденсированной среды [Текст] / А. И. Олемской, А. Я. Флат // Успехи физических наук. -1989. -Т. 163.- № 12.- С. 1-50.