

ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАНЬ ЗРАЗКА «Спучена перлітова пудра» СПП 200 BAUWER (фракція до 0,04 мм), ДСТУ Б В.2.7-157:2011, наданого Укрвермікуліт.

1. Визначення питомої поверхні

Метод визначення – теплова десорбція аргону (ГОСТ 23401 – 90).

Зразок просушував 110 °С, 1 год.

№	Наважка, мг	Питома поверхня м ² /г	Середнє значення питомої поверхні м ² /г
Спучений перліт	102,4	3,0	2,9
	116,4	2,8	

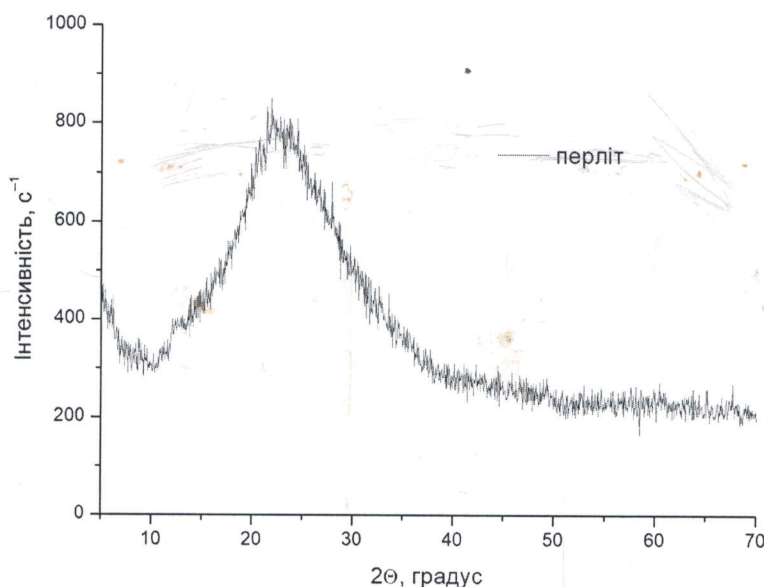
Питому поверхню зразків вимірювали хроматографічним методом низькотемпературної адсорбції аргону при -196 °С (метод БЕТ в одній точці). Суть методу полягає в тому, що дослідні зразки аналізуються в ідентичних умовах зі стандартним зразком з відомою та стабільною протягом тривалого часу питомою поверхнею. У цьому випадку в якості стандарту використовувався кремнезем (силохром С-80) з питомою поверхнею $S_{\text{пит}} = 80 \text{ м}^2/\text{г}$. Значення питомої поверхні дослідного зразка обчислювали за формулою:

$$S_{\text{пит}} = (S_{\text{станд}} \cdot F_{\text{станд}} \cdot m) / (F \cdot m_{\text{станд}}),$$

де $S_{\text{пит}}$ і $S_{\text{станд}}$ – питома поверхня зразка та стандарту відповідно, м²/г; F і $F_{\text{станд}}$ – площа піку десорбції аргону досліджуваного зразка та стандарту відповідно (хроматографічні дані); m і $m_{\text{станд}}$ – маса зразка та стандарту відповідно, г. Допустима похибка вимірювання 20%. Газова суміш містила 5 об.% Ar (газ адсорбат) та 95 об. % He (газ носій).

2. Рентгенофазові дослідження

Рентгенофазові дослідження зразка методом порошкової дифрактометрії виконували на автоматичному рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3М (Буревісник, Росія) в випромінюванні мідного анода Cu K α ($\lambda = 0.15418 \text{ nm}$) з нікелевим фільтром в інтервалі 2θ від 5° до 70°.



Рентгенограма спученого перліту

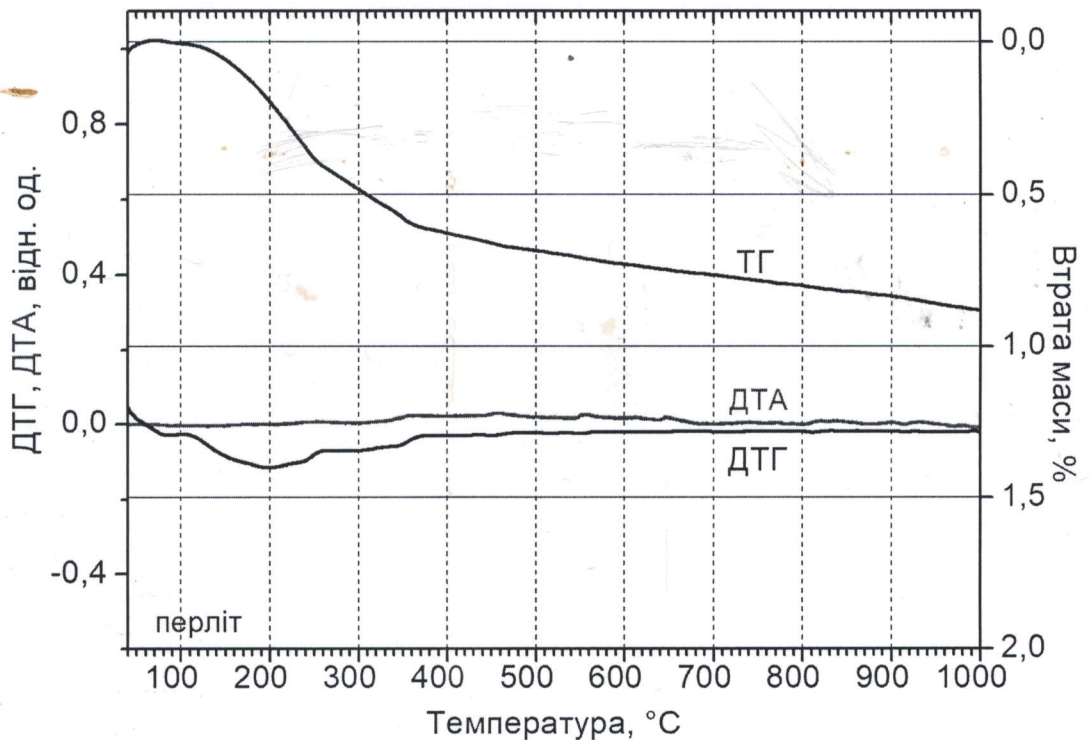
Представлена рентгенограма показує типову картину для **аморфної** або **склоподібної** речовини. На відміну від кристалічних матеріалів, які мають чіткі, гострі піки, ця рентгенограма демонструє лише один широкий "горб" або дифузне гало з максимумом при 23 градуса.

Цей широкий пік свідчить про **відсутність** **далекого порядку** в структурі матеріалу. У аморфній структурі перліту, що є алюмосилікатним склом, атоми алюмінію найчастіше знаходяться в **тетраедричній координації** (AlO_4). Тобто, кожен атом алюмінію оточений чотирма атомами кисню, утворюючи тетраедр, подібний до тетраедра SiO_4 . Тетраедри кремнію і алюмінію в перліті розташовані хаотично, без регулярної, повторюваної кристалічної ґратки.

Таким чином, рентгенограма підтверджує, що спучений перліт є аморфною речовиною, тобто **природним вулканічним склом**.

3. Дослідження термічних властивостей

Дослідження термічних властивостей проводились в статичній атмосфері повітря за допомогою дериватографа Q-1500D (Угорщина) з комп'ютерною реєстрацією даних. Параметри реєстрації термограми: наважка 347,2 мг; нагрівання від кімнатної до 1000 °С, швидкість нагрівання 10 °С/хв; чутливість – 20 мг; ТГ – 500, ДТГ – 500 та ДТА – 250.



Виходячи з представленої дериватограми (ДТГ/ДТА/ТГ), можна описати термічну поведінку спученого перліту.

Опис графіку:

Вісь Х (горизонтальна): Температура, °С. Діапазон від приблизно 40 °С до 1000 °С.

Ліва вісь Y (вертикальна): ДТГ, ДТА, відн. од. (відносні одиниці). Ця вісь показує зміни в кривих ДТА (диференційно-термічний аналіз) та ДТГ (диференційно-термогравіметричний аналіз).

Права вісь Y (вертикальна): Втрата маси, %. Ця вісь відповідає кривій ТГ (термогравіметрія).

Аналіз кривих:

Крива ТГ (синя лінія): Ця крива показує зміну маси зразка в залежності від температури.

Початковий етап (до 250 °С): Спостерігається значне зниження маси. Це пов'язано з видаленням адсорбованої води, яка знаходиться на поверхні частинок перліту. Втрата маси на цьому етапі є досить швидкою.

Середній етап (250 °С - 370 °С): Втрата маси сповільнюється, але продовжується. Ця ділянка може бути пов'язана з видаленням хімічно зв'язаної води.

Високотемпературний етап (вище 370 °С): Крива стає більш пологою, що свідчить про дуже незначну подальшу втрату маси. Загальна втрата маси на кінець експерименту (до 1000 °С) становить 0,9%. Ця втрата маси є характерною для спученого перліту, оскільки вона пов'язана з дегідратацією його структури.

Крива ДТА (червона лінія): Ця крива фіксує теплові ефекти, що відбуваються в зразку.

Відсутність яскраво виражених піків у всьому інтервалі температур: Крива ДТА майже плоска, що свідчить про відсутність значних термічних перетворень (наприклад, кристалізації або фазових переходів) у цьому діапазоні температур, крім процесів дегідратації. Це очікувано для спученого перліту, оскільки основні процеси його термічної обробки (спікання) відбуваються за межами даного температурного діапазону.

Крива ДТГ (чорна лінія): Ця крива є похідною від кривої ТГ і показує швидкість зміни маси.

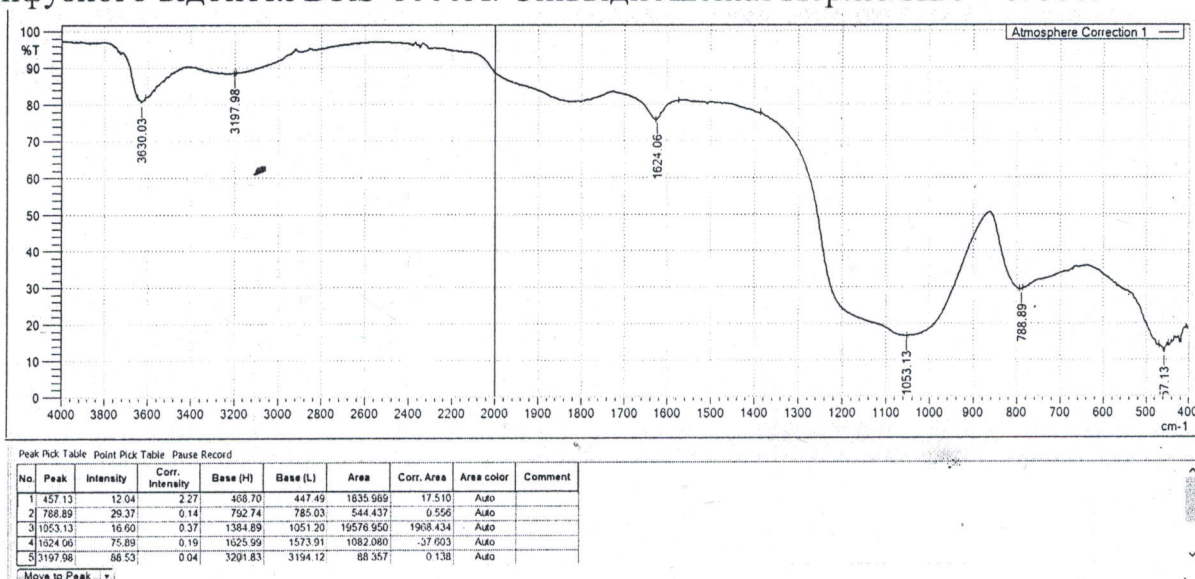
Пік ДТГ (негативний, близько 200 °С): Цей пік відповідає максимальній швидкості втрати маси, яка відбувається на початковому етапі через видалення адсорбованої води. Чим більший нахил кривої ТГ, тим вище (за абсолютною величиною) пік ДТГ.

Висновок:

Дериватограма демонструє, що основні процеси, які відбуваються в спученому перліті при нагріванні до 1000 °С, є процесами дегідратації. Найбільша втрата маси відбувається при низьких температурах (до 250 °С), що відповідає видаленню фізично адсорбованої води. Далі йде поступова втрата маси за рахунок видалення хімічно зв'язаної води, яка не закінчується до 1000 °С. Загальна втрата маси не перевищує 0,9%. Крива ДТА показує лише незначні ендотермічні ефекти, пов'язані з цими процесами, що підтверджує стабільність структури перліту в досліджуваному температурному діапазоні.

4. Інфрачервона спектроскопія

Інфрачервоний спектр записаний за допомогою інфрачервоного спектрофотометра з перетворенням Фур'є (FTIR) IRTracer-100 (Shimadzu), в діапазоні 4000–400 cm^{-1} з роздільною здатністю 4 cm^{-1} , з приставкою дифузного відбиття DRS-8000A. Співвідношення Перліт/КBr = 5/100.



З представленого інфрачервоного (ІЧ) спектру, можна стверджувати, що зразок **спученого перліту** має алюмосилікатну структуру, що містить не значну кількість зв'язаної води.

Аналіз ключових піків на спектрі

- **Велика, широка смуга в діапазоні 3700-3000 cm^{-1} :** Ця смуга є дуже характерною для перліту і вказує на наявність **валентних коливань О-Н зв'язків**. Це можуть бути як **вільні молекули води**, так і **гідроксильні групи (Si-OH, Al-OH)**, що входять до складу мінералу. Саме ця вода при нагріванні розширює перліт, роблячи його легким і пористим.
- **Пік на 1624 cm^{-1} :** Відповідає за **деформаційні коливання Н-О-Н молекул води**, підтверджуючи її присутність у зразку. Цей пік часто з'являється разом із широкою смугою О-Н, що підкреслює водну природу мінералу.
- **Інтенсивна широка смуга в області 1200-900 cm^{-1} (максимум $\sim 1053 \text{cm}^{-1}$):** Цей пік є головним для ідентифікації перліту. Він відповідає за **асиметричні валентні коливання зв'язків Si-O-Si та Si-O-Al**, що утворюють аморфний склоподібний каркас мінералу. Ширина смуги вказує на **аморфний (некристалічний) стан речовини**.
- **Пік на 788 cm^{-1} :** Цей пік пов'язаний із **симетричними валентними коливаннями зв'язків Si-O-Si** і вказує на основну силікатну структуру перліту.
- **Пік на 571 cm^{-1} :** Ця смуга відповідає **деформаційним коливанням зв'язків Si-O** у кремнійкисневих тетраедрах, що є будівельними блоками структури.

5. Дослідження сорбції нафти перлітом

Методика. Адсорбент (перліт) масою $2 \pm 0,1$ грама (m) поміщали в одноразовий пропіленовий стаканчик з 25 мл адсорбата (нафта), перемішували скляною паличкою 1 хвилину. Потім кількісно переносили на лійку з фільтром (діаметр 180 мм, червона стрічка, швидкого фільтрування) і витримували доки рідина переставала капати та зважували фільтр (m_2). Попередньо змочували інший фільтр адсорбатом і зважували (m_1). Розрахунки вели по формулі:

$$A = (m_2 - m_1 - m) : m.$$

Адсорбат	Сорбційна ємність г/г
Нафта	2,3

Завідувач лабораторії оксидних наноконкомпозитів
Інституту хімії поверхні ім. О.О. Чуйка НАН України
кандидат хімічних наук

М.В. Борисенко

4 вересня 2025 року

Підпис М.В. Борисенко засвідчую:
Вчений секретар ІХП ім. О.О. Чуйка НАН України
кандидат фізико-математичних наук

О.О. Гаврилук

