



Technological Regulation for Contriving of Experimental Samples for Mechanical Investigations

Lyuben LAKOV, Bojidar JIVOV*, Gergana MUTAFCHIEVA,
Gabriel PEEV, Dimo MIHAJLOV

Bulgarian Academy of Sciences, Institute of Metal Science, Equipment and Technologies with Hydro- and Aerodynamics Centre “Acad. A. Balevski”,
67, “ShipchenskiProhod” Blvd, 1574 Sofia, Bulgaria,
e-mail: b_jiv@abv.bg

Abstract

A set of innovative molding matrices has been prepared, tailored to the specifics of a developed technological approach for obtaining composite materials based on inorganic binders and foam silicate aggregates. In laboratory conditions, experimental samples were obtained by using two different functional modes of use of the prepared mold equipment. The prepared series of test bodies meet the requirements for performing standard mechanical tests and investigating the thermal conductivity coefficient. The structure of the obtained various modifications of composite materials and the role of individual technological factors in the formation of the operational characteristics of the samples were analyzed.

Keywords: molding matrices, composite materials, inorganic binders, mechanical testing

Технологичен регламент за изготвяне на експериментални образци за механични изследвания

Любен ЛАКОВ, Божидар ЖИВОВ, Гергана МУТАФЧИЕВА,
Габриел ПЕЕВ, Димо МИХАЙЛОВ

Увод

Ежедневното генериране на разнообразни отпадъчни материали (от производствен и битов произход) неизбежно предизвиква редица организационни, инфраструктурни и екологични проблеми [1-4], свързани с тяхното ефективно събиране, регулярно транспортиране и безопасно и дълготрайно депониране. В този аспект значителна опасност представляват отпадъчните продукти [1,2] практически неразградими в естествена среда за продължителен период. За преодоляване на някои от съществуващите проблеми през последните десетилетия се наблюдава силно изразена тенденция за развитие на екологични технологии за пълноценно оползотворяване на отпадъчни продукти в ролята на производствени суровини [3,5-9]. Разработени са ефективни промишлени методи за получаване на разнообразни пеностъклени продукти чрез рециклиране на отпадъчни стъкловидни материали (предимно силикатно стъкло) чрез прилагане на термично разпенване в присъствието на пенообразуващи агенти [10-14]. Голяма част от получените изделия намират приложение предимно за термична изолация на сгради [11,12] и различни съоръжения и инсталации.

В лабораторни условия са разработени различни модификации на иновативен незапалим, негорим, водоустойчив, дълготраен композитен материали на базата на

гранулирано пеностъкло със затворена клетъчна структура и неорганични хидравлични свързващи вещества (Portlandcement) [15-18]. Полученият композит съчетава основните характеристики на отделните компоненти и е потенциално приложим за изготвяне на различни топло- и звукоизолационни изделия (плоскости, плочи, панели, блокове, профили и други).

Поради съществуващите в съвременното строителство норми за енергийна ефективност и безопасност при възникнали пожари съществен интерес представлява употребата на строителни материали с адекватни експлоатационни показатели [19,20]. В този аспект като обоснован методологичен подход се разглежда по-нататъшното модифициране [21] на разработения композит, съобразно актуалните изисквания към материалите приложими за изолация на зоните около врати и прозорци и строително-техническите правила и норми за осигуряване на безопасност при пожар. За комплексното развитие на продукта са анализирани редица експериментални данни от различни изследователски области [22-33]. Основен етап от планираната изследователска дейност представлява провеждането на механични изпитвания и определяне на коефициента на топлопроводност на серия експериментални композитни образци (с различна структура), получени от незапалими и негорими силикатни материали.

В хода на извършените лабораторни изследвания възникна необходимост от употреба на формова екипировка, напълно съобразена със спецификата на разработения технологичен подход за изготвяне на композитни образци. Съществуващите отливни форми (метални, пластмасови) за изготвяне на стандартни пробни тела, предлагани от дистрибуторите на лабораторно оборудване, са оказали недостатъчно подходящи за изготвяне на експериментални образци от някои от модификациите на композитния материал.

Основна цел на настоящата публикация е представянето на техническите характеристики и функционалното приложение на проектирани и изготвени иновативни матрици, максимално адаптирани към технологичните изисквания на разработката. Разгледани са възможностите за формоване на серия комозитни пробни тела (с различна структура), необходими за провеждане на стандартни изпитания в лабораторни условия.

Експериментална методика

Размерите на подготвените отливни форми са съобразени със съществуващите стандарти за провеждане на необходимите изпитания и предявените изисквания от различни акредитирани лаборатории, специализирани за изследване на строителните материали. Изготвени са лабораторни матрици за формоване на пробни тела предвидени за провеждане на основни стандартни механични изпитания:

- изпитване на якост на натиск на пробни тела (кубчета) с размери (с дължина на ръба) 100/100/100 mm, БДС EN 12390-3:2019;
- определяне якост на опън при огъване на пробни тела (призми) с размери 100/100/400 mm, БДС EN 12390-5:2019.

Същевременно е проектирана и изготвена матрица за формоване на пробни тела (плоча) с размери 250/250/50 mm, приложими за определяне на лабораторни условия на коефициента на топлопроводност (съгласно БДС EN 12667) на изследваните композитни образци.

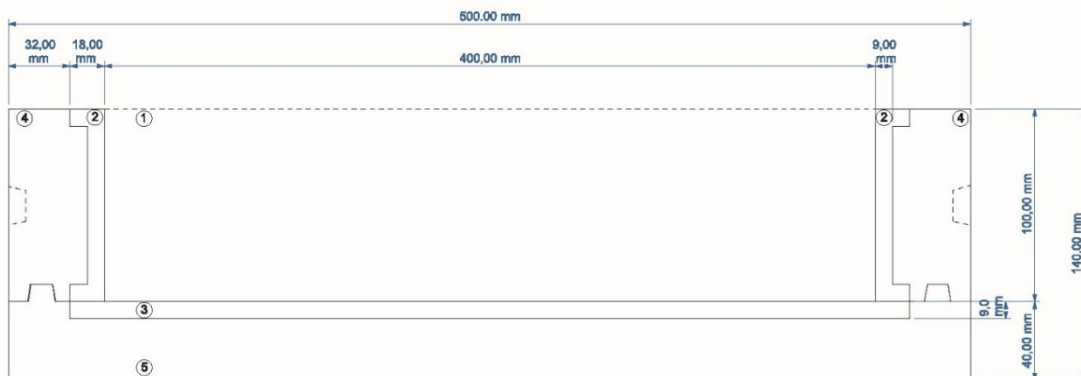
Формовата екипировка за различните видове образци включва изработка на модел и гипсов калъп със силиконова вложка. Отливните форми могат да се разделят на 2 гипсови черупки със силиконови вложки и 2 взаимнозаменяеми гипсови капака със силиконови вложки (фиг. 1). Всяка вложка в двата си края завършва с обтегачи, които я фиксират към гипсовата част и не позволяват да се деформира в процесът на формоване.

Силиконовите вложки от гипсовите черупки оформят страните на експерименталния образец, докато тази на капача образува долната част на изделието (фиг. 1 а). Дъната с прилежащите вложки се различават по това, че в единия комплект е заложен отцеждащия механизъм. Първият капак представлява плътни основа и вложка (фиг. 1 б), докато втория има отливен отвор със заложено в силиконовата вложка сито (фиг. 1 в). Вградено е антикорозионно сито с размер на отворите от 10 mm, по-малък от използвания зърнометричен състав на гранулите.

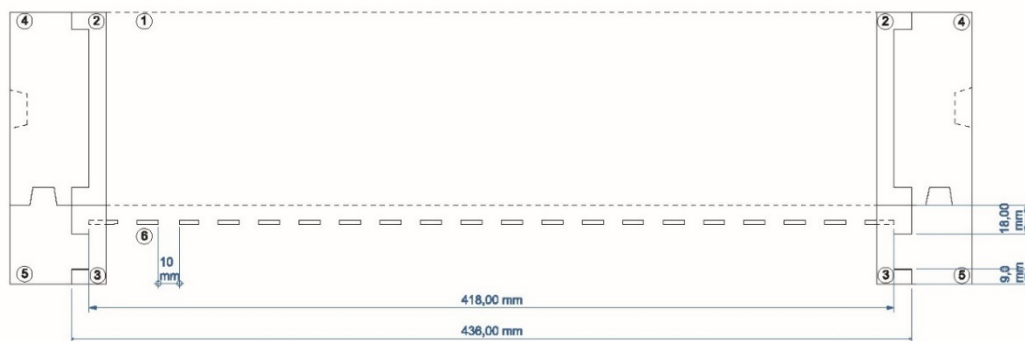
При изготвяне на отделните серии композитни пробни тела са използвани необходимите суровини, реактиви, технологични добавки и лабораторно оборудване: прецизна везна “KERN” PCB 200-2, стандартна везна до 10 kg, порцеланова топкова мелница с работен обем 50 L (скорост на въртене около 260 rev/min), ахатов хаван, комплект стандартни сита, перфорирана шпатула, лабораторна сушилня “Astel”, гранулиращо съоръжение, програмируема муфелна пещ “LM-312.11” (VebElectrobadFrankenhausen), програмируема лабораторна пещ тип „Мида“ с поддръжка на хомогенно температурно поле и полезен обем на работната зона 900x600x250 mm, отпадъчно силикатно стъкло, пенообразуващ агент ($C_3H_8O_3$ или $CaCO_3$), натриево „водно стъкло“, портланд цимент (СЕМ I 42.5 N, бял СЕМ I 52.5 N или СЕМ I 52.5 R) и др. Като допълнителни компоненти в различни пропорции при част от експерименталните серии са въведени експандиран перлит (фракция до 3 mm), активиран зеолит (клиноптилолит, фракция под 63 μm), армиращи фибри и др.



1 а



1 б



1 в

Фиг. 1. Отливна форма за изработка на композитен образец за изпитване якост на опън при огъване със следните компоненти: 1 – формообразуващо пространство, 2 – странична силиконова вложка, 3 – дънна силиконова вложка, 4 – гипсова черупка, 5 – гипсов капак, 6 – вградено в силиконовата вложка сито, 7 – силиконови обтегачи. Фиг.1 а–изглед отгоре. Фиг. 1 б – разрез с плътен капак. Фиг. 1 в – разрез с отливен капак.

Резултати и дискусия

За изготвяне на серия експериментални образци са използвани различни фракции пеносиликатни гранули с клетъчна структура, получени при термично разпенване (до 900°C) на първичен гранулат, изготвен от прахообразно отпадъчно стъкло, разпенващ агент ($C_3H_8O_3$ или $CaCO_3$) и пластификатор.

Получени са серии пробни тела с композитна структура чрез прилагане на лабораторна методика предвиждаща няколко основни технологични етапи: подготовка на циментови разтвори (с различно водоциментно отношение В/Ц -w/c ratio), въвеждане на пеногранули и допълнителни компоненти (при някои серии състави), хомогенизация на сместа, наливане на получената маса в кофражните матрици, вибрационна обработка (при някои серии състави), технологичен престой (до 48 h), декофриране на заготовките от кофражните форми, допълнителна дообработка при необходимост и т.н.

Изготвеният набор лабораторни матрици позволява формоването на стандартни пробни тела чрез прилагане на два различни технологични режима на приложение.

Първи технологичен подход

Основна специфика на този технологичен подход представлява отстраняването на част от циментовия разтвор чрез частично или пълно свободно оттичане през решетъчната основа на матриците. Това осигурява ефективен технологичен контрол на количеството на течната фаза в системата и обемната плътност на крайните продукти. Като съществено технологично изискване се разглежда пълното омокряне на пеносиликатните агрегати в подготвения циментов разтвор, което благоприятства затварянето на съществуващи повърхностни пори и гарантира наличието на повърхностен слой от свързващо вещество в зоните на непосредствен контакт на прилежащи гранули при формоване на образците.

Използването на водоциментно отношение В/Ц (w/c ratio) със стойности от около 0.6 до 0.8) позволява реализиране на технологичните възможности на методиката и изготвяне на продукти с относително ниска маса. Основна структурна специфика на получените образци представлява наличието на директен контакт между отделните

пеносиликатни агрегати и формиране на кухини между зоните на съприкосновение на гранулите, особено при оттичане на голяма част от циментовия разтвор. Същевременно поради пониженото съдържание на свързващо вещество получените материали в голяма част от случаите се характеризират с по-ниски якостни показатели. Този ефект частично може да бъде намален чрез употреба на цименти с високи якостни характеристики (например СЕМ I 52.5 R), въвеждане на различни пластифициращи технологични добавки, модификатори и други.

При някои от разработените композитни модификации получени чрез употребата предимно на относително едри фракции пеносиликатни гранули (фиг. 2) се наблюдава наличие на различни по обем частично свързани свободни пространства, формиращи между зоните на контакт на съседни агрегати в обема на образците. Поради това при изготвяне на крайните продукти се предвижда импрегниране на образците с разтвори на неорганични свързващи вещества, наситени с негорими топлоизолационни пълнители (фракция до няколко mm) и/или допълнително нанасяне на повърхностни пожароустойчиви функционални покрития. Използването на две фракции гранулирано пеностъкло с оптимално съотношение на радиусите на гранулите, позволява изготвяне на образци с относително компактна структура, при която по-малките агрегати в значителна степен заемат свободните пространства, образувани от по-едрата фракция.



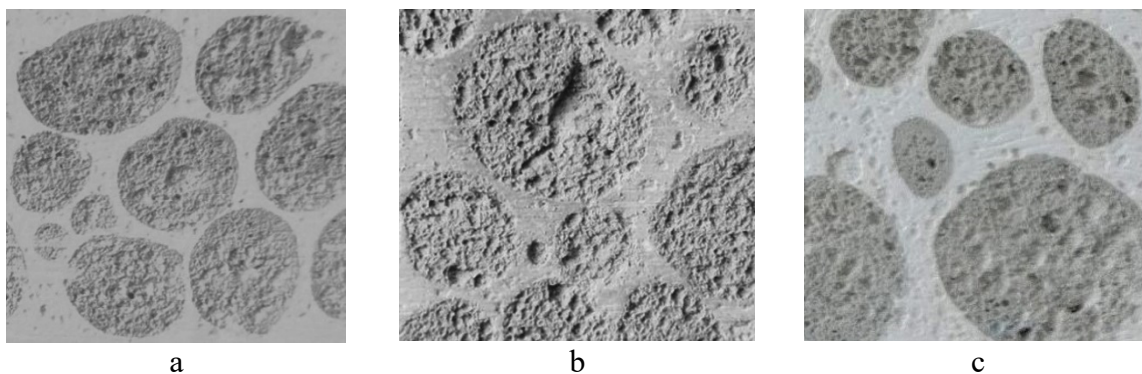
Фиг. 2. Структура на експериментален образец (фрагмент), получен чрез прилагане на частично свободно оттичане на течната фаза.

За различни категории продукти за които не съществуват специални изисквания за високи якостни показатели, а първостепенна функционална характеристика представлява наличието на определен комплекс от експлоатационни показатели (дълготрайност, топлоизолационни свойства, относително ниска маса и др.) разработеният материал позволява изготвянето на разнообразни модификации адаптирани към конкретно приложение.

Втори технологичен подход

Изготвянето на експериментални образци без допълнително отделяне на част от циментовия разтвор се осъществява чрез използване на капак (позициониран в основата на формата), възпрепятстващ свободното оттичане. Изготвените образци представляват композитни материали, получени на базата на портланд цимент и гранулирано пеностъкло (в ролята на нестандартен лек добавъчен материал) и могат да се разглеждат като алтернатива на някои типове класически топлоизолационни леки бетони (lightweight concrete), получени с участието на традиционни порести пълнители. При съпоставка на възможностите на първия лабораторен подход приложеният втори технологичен метод позволява получаването на относително масивни материали с повишени механични

показатели, но с по-висока обемна плътност и по-висока маса. При анализа на подготвените лабораторни разрезни на изготвените пробни тела са констатирани предимно обособени зони с концентрация на пенстъклени гранули (фиг. 3), без директен контакт между отделните агрегат. Същевременно при някои от експерименталните образци регистрирано е наличието на отделни локални области, формирани предимно от циментова фаза. При изготвяне на различни серии пробни тела чрез настоящия технологичен подход е използвано водоциментно отношение В/Ц (w/c ratio) в интервала от 0.4 до 0.5.



Фиг. 3. Изготвени разрезни (фрагменти) на различни експериментални композитни образци, получени без свободно оттичане на циментовия разтвор.

Основни технологични насоки за получаване на образци с относително равномерна структура представляват прилагането на по-интензивна хомогенизация на изходната смес, използване на състави с подходящи пропорции между количеството на циментовата маса и гранулираното пеностъкло, употребата на фракции пеногранули с оптимално съотношение на радиусите агрегатите.

Изводи

Изготвен е набор от иновативни отливни форми (за формоване на стандартни пробни тела), съобразени с разработена технология за получаване на композитни материали на базата на гранулирано пеностъкло и неорганични хидравлични сварващи вещества. Функционалната употреба на матриците предвижда възможност за прилагане на два различни технологични подхода: чрез отстраняване (частично или пълно) на свободната течна фаза чрез оттичане или без допълнително отделяне на използвания циментов разтвор.

Получените пробни тела са приложими за провеждане на стандартни лабораторни изпитвания за якост на натиск, определяне якост на опън при огъване и изследване на коефициента на топлопроводност.

Извършени са съпоставка и анализ на структурата и основните характеристики на получените образци чрез двата лабораторни подхода и технологичните възможности за изготвяне на разнообразни композитни модификации, съобразени конкретни функционални изисквания.

Същевременно представената иновативна формова екипировка е приложима за изготвяне на експериментални образци от други материали чрез контролирано частично отстраняване на течната фаза (чрез оттичане) или за формоване на образци без технологична необходимост от абсорбиране от формовъчните калпи на част от водосъдържанието на отливните маси.

Благодарности

Авторите изказват своята благодарност на Националния иновационен фонд и Изпълнителната агенция за насърчаване на малките и средните предприятия към Министерството на икономиката на Република България за финансиране на научно-приложен проект / договор № 13 ИФ-02-21/12.12.2022 г. между възложител ИАНМСП и изпълнители – бенефициент „МАГ“ ООД с партньор ИМСТЦХА-БАН „Акад. А. БалеВСки“.

Литература:

1. Giusti L., “A review of waste management practices and their impact on human health”, *Waste Management*, 29(8), 2009, pp. 2227-2239.
2. Basu R., “Solid Waste Management-A Model Study”, *SIES Journal of Management*, 6, 2009, pp. 20-24.
3. Demirbas A., “Waste management, waste resource facilities and waste conversion processes”, *Energy Conversion & Management*, 52(2), 2011, pp. 1280-1287.
4. Amasuomo E., J. Baird, “The Concept of Waste and Waste Management”, *Journal of Management and Sustainability*; Vol. 6, No. 4; 2016, pp. 88-96.
5. Velenturf A. P. M., P. Purnell, “Resource Recovery from Waste: Restoring the Balance between Resource Scarcity and Waste Overload”, *Sustainability*, 2017, 9, 1603, pp. 1-17.
6. Orlik-Koźdoń B., “Assessment of the application efficiency of recycling materials in thermal insulations”, *Construction and Building Materials*, Vol. 156, 2017, pp. 476-485.
7. Degli Antoni G., G. Vittucci Marzetti, “Recycling and waste generation: an estimate of the source reduction effect of recycling programs”, *Ecol. Econ.*, 161, 2019, pp. 321–329.
8. Trinca A., V. Segneri, T. Mpouras, N. Libardi, G. Vilardi, “Recovery of Solid Waste in Industrial and Environmental Processes”, *Energies*, 2022, 15, 7418, pp. 1-5.
9. Medici F., “Recovery of Waste Materials: Technological Research and Industrial Scale-Up”, *Materials*, 2022, 15, 685, pp. 1-3
10. Chorbov I., K. Toncheva, L. Lakov, “Device for obtaining foam glass granules”, Patent № 66666/06.06.2012. Status-Valid, Place of application Bulgaria.
11. Lakov L., K. Toncheva, A. Staneva, T. Simeonova, Z. Ilcheva, “Composition, synthesis and properties of insulation foam glass obtained from packing glass waste”, *Journal University of Chemical Technology and Metallurgy* 48, 2, 2013, pp. 125–129.
12. Marinov M., L. Lakov, K. Toncheva, “Granulated foam glass. Production. Physical and mechanical characteristics”, *Proceedings of the XIII Scientific congress on machines, technologies and materials 2016*, 14-17 September, 2016, Varna, Bulgaria, Part II, 2016, pp. 56-58.
13. Lakov L., K. Toncheva, “Device for obtaining foam glass”, Patent № 66903 B1, 2019, Status – Valid, Place of application Bulgaria.
14. Chorbov I., L. Lakov, K. Toncheva, L. Drenchev, N. Guo, H. Shi, “Device for obtaining a continuous plane of foamed composite material”, Patent application № BG/P/2020/113248 dated 21.10.2020, Status – in examination, Place of application Bulgaria.
15. Lakov L., B. Jivov, M. Aleksandrova, Y. Ivanova, K. Toncheva, “An innovative composite material based on sintered glass foam granules”, *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 53, 6, 2018, pp. 1081-1086.
16. Lakov L., B. Jivov, Y. Ivanova, S. Yordanov, M. Marinov, S. Rafailov, “Composite Materials Obtained from Foamed Silicate Products”, *International Journal “NDT Days”*, Volume II, Issue 2, Year 2019, pp. 188-194.
17. Lakov L., L. Drenchev, D. Nazarski, “Composite thermal insulation material”, Patent № 66960 B1, 2019, Status-valid, Place of application Bulgaria.
18. Lakov L., B. Jivov, Y. Ivanova, S. Yordanov, K. Toncheva, “Alternative possibilities for application of foamed silicate materials”, *International Scientific Journal "Machines. Technologies. Materials"* Issue 1/2021, pp. 25-27.

19. Schiavoni S., F.D'Alessandro, F. Bianchi, F.Asdrubali, "Insulation materials for the building sector: A review and comparative analysis", *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Volume 62, 2016, pp. 988-1011.
20. Aditya L., T. M. I. Mahlia, B. Rismanchi, H. M. Ng, M. H. Hasan, H. S. C. Metselaar, O. Muraza, H. B. Aditya, "A review on insulation materials for energy conservation in buildings", *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. 73, 2017, pp. 1352-1365.
21. Lakov L., B. Jivov, M. Aleksandrova, S. Yordanov, K. Toncheva, "Heat-insulating lightweight concretes and composite materials on the basis of inorganic binders with application in construction", *International Scientific Journal INDUSTRY 4.0*, Year VIII, Issue 2, 2023, pp. 47-51.
22. Telle J. R., N. A. Pearlstine, "Amorphous Materials: Research, Technology and Applications", Nova Science, 2009, pp. 1-335.
23. Dehghannasiri R., D. Xue, P. V. Balachandran, M. R. Yousefi, L. A. Dalton, T. Lookman, Dougherty E. R., "Optimal experimental design for materials discovery". *Comput. Mater. Sci.* 129, 2017, pp. 311–322.
24. Yordanov S. I., A. D. Bachvarova-Nedelcheva, R. S. Iordanova, I. D. Stambolova, "Sol-gel Synthesis and Properties of Sm Modified TiO₂ Nanopowders", *Bulgarian Chemical Communications* 50, 2018, pp. 42-48.
25. Bachvarova-Nedelcheva A., S. Yordanov, R. Iordanova, I. Stambolova, "Comparative Study of Sol-Gel Derived Pure and Nd-doped TiO₂ Nanopowders", *Journal of Chemical Technology and Metallurgy* 53(6), 2018, pp. 1167-1172.
26. Frigione M., J. L. Barroso de Aguiar, "Innovative Materials for Construction", *Materials* 2020, 13, 5448.
27. Petkov V., M. Aleksandrova, V. Blaskov, "Deposition of ZrO₂ thin films obtained by sol-gel method on monolithic composite with layered structure of Nb₃O₇/Al", *Int. Scientific Journal "Machines. Technologies. Materials"*, Year XVI, Issue 2/2022, pp. 58-61.
28. Aleksandrova M. M., V. Petkov, V. P. Korzhov, I. S. Zheltyakova. "Study the influence of immersion in the synthesis of thin layers on a composite substrate". *International scientific journal INDUSTRY 4.0*, VII, 6, Scientific technical union of mechanical engineering "INDUSTRY 4.0" Bulgaria, 2022, pp. 226-228.
29. Petkov V., M. Aleksandrova, V. Petkov, D. Teodosiev, A. Bouzekova-Penkova, "Investigation of the glassy carbon coating deposited on the titanium alloys, microstructure and mechanical properties", *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, Vol. 52, No 4, 2022, pp. 381-392.
30. Liu B., H. Zhou, H. Meng, G. Pan, D. Li, "Fresh properties, rheological behavior and structural evolution of cement pastes optimized using highly dispersed in situ controllably grown Nano-SiO₂", *Cement and Concrete Composites* 135, 2023, 104828.
31. Zhang Z., Z. Li, J. He, X. Shi, "High-strength engineered cementitious composites with nanosilica incorporated: Mechanical performance and autogenous self-healing behavior", *Cement and Concrete Composites* 135, 2023, 104837.
32. Zhong H., M. Zhang, "Engineered geopolymercomposites: A state-of-the-art review", *Cement and Concrete Composites* 135, 2023, 104850.