https://doi.org/10.15350/17270529.2023.1.11

УДК 546.05:549.613.4

# Влияние режима термообработки и механоактивации каолинита на процесс муллитообразования

## Н. В. Филатова, Н. Ф. Косенко, М. А. Баданов

Ивановский химико-технологический университет, Россия, 153000, Иваново, Шереметевский пр., 7

Аннотация. Изучено влияние скорости нагрева каолинита Al<sub>4</sub>[Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>](OH)<sub>8</sub> на его превращение в муллит 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub>. С увеличением скорости нагрева выход муллита повышается. Высокая скорость подъема температуры способствует быстрой дегидратации каолинита, сопровождающейся отщеплением гидроксидных групп и разупорядочением структуры. Сопоставлено влияние предварительной механоактивации каолина в шаро-кольцевой (истирающей материал) и планетарной мельнице, в которой преобладают ударные нагрузки. Установлено, что обработка истиранием малоэффективна. Интенсивная ударно-истирающая обработка в планетарной мельнице разбивает пакеты и слои; гидроксогруппы частично оказываются на внешней поверхности поликристаллитов, что облегчает процесс дегидроксилирования.

Ключевые слова: каолинит, каолин, режим термообработки, механоактивация, истирание, ударная обработка, муллитообразование.

🖂 Наталья Филатова, e-mail: <u>zyanata@mail.ru</u>

# Influence of Heat Treatment and Mechanoactivation of Kaolinite on the Process of Mullite Formation

### Natalia V. Filatova, Nadezhda F. Kosenko, Mikhail A. Badanov

Ivanovo State University of Chemistry and Technology (7, Sheremetevsky Ave., Ivanovo, 153000, Russian Federation)

**Summary.** Mullite is the most important product obtained from natural silicate raw materials, primarily kaolins. We used enriched kaolin of the Sukhoi Log deposit; the content of impurities (TiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, MgO, K<sub>2</sub>O, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) did not exceed 1.5 %. Losses during calcination and the content of free quartz were 13.8 % and 4.4 %, respectively. The Hinckley index, which characterizes the degree the structural order, was equal to 1.76, which indicated a low degree of defectiveness of kaolin. The mullite formation is influenced by various factors, for example, heat treatment mode and pre-machining. The effect of the heating rate of kaolinite Al<sub>4</sub>[Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>](OH)<sub>8</sub> on its transformation into mullite 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub> was studied. As the heating rate was increased, the mullite yield increased. The high rate of the temperature rise contributed to the rapid dehydration of kaoliniteaccompanied by the detachment of hydroxide groups and the disordering of the structure, especially at low temperatures. The influence of the mechanical pretreatment of kaolin in a ball-and-ring mill (providing an abrasive effect on material) was compared with the influence of the mechanical pretreatment in a planetary mill, in which impact loads predominate. The abrasive effects on layered structures which can split during treatment are of interest. It is established that mechanical attrition treatment leads to the sliding of individual packets (or their aggregates) of layered silicate relative to each other, while hydroxogroups remain "sealed" inside the packets. The abrasive treatment of kaolinite in the ball-and-ring mill contributes to a slight shift in the maximum of the dehydroxylation process (by 6 °C) and does not contribute to an increase in the yield of the product (mullite). Intensive impact-abrasion treatment in a planetary mill breaks up packets and layers; a part of hydroxogroups appear on the outer surface of polycrystallites, which facilitates the dehydroxylation process. The number of defects in the solid phase increases dramatically, and mechanical destruction cannot be eliminated ("healed") with slow firing. As a result, the thermal effect generated by the detachment of hydroxogroups shifts to temperatures which are lower by 18 °C; and the effect area reduces by 46 %; the Hinckley index decreases to 1.63. The increase of the mullite content - is almost 100 % of theoretically possible.

Keywords: kaolinite, kaolin, heat treatment mode, mechanoactivation, abrasion, impact treatment, mullite formation.

🖂 Natalia Filatova, e-mail: <u>zyanata@mail.ru</u>

## введение

Муллит  $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 - одно из$  наиболее важных сложных оксидных веществ, которое имеет отличные термические и механические свойства и находит широкое применение в керамической промышленности [1]. Муллит – единственное устойчивое соединение в системе  $Al_2O_3 - SiO_2$ . Наиболее экономичным способом его получения является термообработка каолина [2, 3]. Каолин является почти мономинеральной осадочной горной породой на основе минерала каолинита  $Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8$  или сокращенно  $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ . Каолин широко используют в различных секторах промышленности: в составе огнеупоров, керамики, катализаторов, пигментов, как наполнитель в бумаге, каучуках, пластмассах, косметике и т.п. [4]. В ходе обжига каолина в результате ступенчатых превращений [5] формируется фаза муллита:

 $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O \rightarrow Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 2H_2O;$ Каолинит метакаолинит  $2(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) \rightarrow 2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 + SiO_2;$ Al-Si шпинель аморфный  $3(2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2) \rightarrow 2(3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) + 5SiO_2.$ Муллит аморфный

Сравнительно низкая реакционная способность (PC) каолинита требует высокотемпературного обжига. При нагревании PC прекурсоров изменяется за счет термолиза (если таковой происходит), а также частичного залечивания дефектов. Режим термообработки оказывает существенное влияние на эти процессы. Различают быстрый обжиг, при котором сохраняется значительная часть дефектов (так называемая термическая активация), и медленный обжиг, способствующий рекристаллизации твердой фазы и снижению ее удельной поверхности (термическая пассивация).

Для повышения PC эффективна механоактивация (МА) [6–8]. МА каолина нашла применение для регулирования структуры материала [9–12], получения пуццолановых добавок [13–16], керамических плиток [17], синтеза геополимеров [18, 19], изменения электропроводности [20], интеркаляции пакетов [21] и т.п. Механоактивацию часто изучают в сочетании с термообработкой каолина [11, 12, 14, 15, 19, 22]. Нами была поставлена задача оценить влияние режима термообработки и механоактивации каолинита на степень протекания муллитообразования.

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Использовали обогащенный каолин месторождения Журавлиный Лог; содержание примесей (TiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, MgO, K<sub>2</sub>O, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) не превышало 1.5 %. Потери при прокаливании и содержание свободного кварца составляли 13.8 % и 4.4 % соответственно [23]. Индекс Хинкли, характеризующий степень упорядоченности структуры, был равен 1.76, что свидетельствовало о низкой степени дефектности каолина.

Для обеспечения однородности обжигаемого продукта из каолина и воды готовили суспензию (каолин : вода = 1 : 1) в присутствии 0.15 % триэтаноламина в качестве дисперсанта, заливали в тигель и сушили при температуре 120 °С (2 ч). Высушенные образцы в тиглях нагревали до заданных температуре (1000 – 1300 °С) с различной скоростью, °С/мин: 3; 10 и 20. При максимальной температуре делали выдержку в течение 5 и 30 мин.

Количество образовавшегося муллита определяли с помощью количественного рентгенофазового анализа, используя NiO как внешний эталон (0.05 г на 1 г измельченной пробы) [24]. Расчет выполняли по соотношению площадей рефлексов муллита ([220]) и NiO ([003]).

Оценили также влияние предварительной механоактивации каолина в лабораторной шаро-кольцевой (ШКМ) и планетарной мельнице (ПМ) марки АГО-2. В ШКМ относительно крупные шары (25.4 мм) перекатываются по желобкам, тогда как ПМ оснащена

корундовыми шарами размером от 5 до 10 мм. Данные виды активаторов выбраны исходя из того, что в ШКМ материал подвергается истиранию в чистом виде, тогда как в ПМ преобладают ударные нагрузки (наряду с истирающими). Истирающее воздействие интересно для слоистых структур, способных расщепляться при механической обработке. Длительность механической обработки составляла 20 мин. Соотношение между массами обрабатываемого материала и шаров составляло 1 : 10.

Дифференциальный термический (DTA/DSC) анализ выполняли, используя прибор METTLER TOLEDO STARe System TGA/SDTA851e/LF/1600. Образцы нагревали до 950 °C со скоростью 5 °C/мин в атмосфере воздуха. Дифрактограммы получили на приборе DRON-6 с медным анодом.

# РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены зависимости, характеризующие выход муллита при различной скорости нагрева с разной изотермической выдержкой.



Рис. 1. Выход муллита при скорости нагрева, <sup>о</sup>С/мин: 1 – 3; 2 – 10; 3 – 20 с различной изотермической выдержкой, мин: a – 5, b – 30

Fig. 1. Mullite output at heating rate, °C/min: 1 - 3; 2 - 10; 3 - 20 with different isothermal soaking, min: a - 5, b - 30

С увеличением скорости нагрева выход муллита повышается. Высокая скорость подъема температуры способствует быстрой дегидратации каолинита, сопровождающейся отщеплением гидроксидных групп и разупорядочением структуры. Особенно ярко это проявляется при низких температурах, тогда как в области высоких температур это различие нивелируется. Каждая группа кривых с повышением температуры стремится к определенной величине, не зависящей от скорости нагрева. Это значение обусловлено максимально возможным выходом муллита при каждой длительности изотермической выдержки.

Структура исходного каолинита сложена состоящими пакетами, ИЗ споев SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup> кремнекислородных тетраэдров И [AlO<sub>2</sub>(OH)<sub>4</sub>]<sup>5-</sup>гиббситоподобных октаэдров (рис. 2), образующих отрицательно заряженные базальные плоскости (001) и (001). Боковые поверхности (условно ребра) кристаллов (010) и (110) за счет разрыва ковалентных связей, протонирования и депротонирования групп AlOH и SiOH могут иметь различные заряды в зависимости от рН.



Fig. 2. Kaolinite structure

Исходные кристаллы каолинита имеют преимущественно псевдогексагональную форму (рис. 3, *a*), что характерно для упорядоченной структуры вещества.

Механическая обработка каолинита в ШКМ мало влияет на выход муллита (рис. 4, кривые 1a - 3a), поскольку истирание приводит к скольжению отдельных пакетов или их совокупностей относительно друг друга; гидроксогруппы остаются "запечатанными" внутри пакетов, что подтверждается плотной структурой каолинита после истирания (рис. 3, *b*).



a)





### Рис. 3. СЭМ изображения каолинита: без механической обработки (а), после истирания в ШКМ (b), после обработки в ПМ (с, d)

Fig. 3. SEM images of kaolinite: without mechanical treatment (a), after attrition in BRM (b), after treatment in PM (c, d)

Подтверждением являются также кривые DSC (рис. 5) для каолинита без механической обработки (кривая 1) и после ШКМ (кривая 2). Наблюдается очень малое смещение в область меньших температур (~ 6 °C) без изменения амплитуды экстремума.



Рис. 4. Выход муллита при скорости нагрева, <sup>о</sup>С/мин: 1 – 3; 2 – 10; 3 – 20 после предварительной механической обработки в шаро-кольцевой (*a*) и планетарной мельнице (*b*). Изотермическая выдержка 20 мин

Fig. 4. Mullite output at heating rate,  $^{\circ}C/min: I - 3; 2 - 10; 3 - 20$  after mechanical pretreatment in the ball-ring (a) and planetary mill (b). Isothermal soaking - 20 min



Рис. 5. DSC-кривые без механической обработки каолинита (1) и после предварительной механической обработки в шаро-кольцевой (2) и планетарной мельнице (3)

Fig. 5. DSC curves without mechanical treatment of kaolinite (1) and after pretreatment in a ball-ring (2) and planetary mill (3)

Интенсивная ударно-истирающая обработка в ПМ разбивает пакеты и слои; гидроксогруппы частично оказываются на внешней поверхности поликристаллитов, что облегчает процесс дегидроксилирования. Количество дефектов в твердой фазе в целом резко увеличивается, причем механическое разрушение не может устраняться ("залечиваться") при медленном обжиге. Это подтверждается образованием пористых агрегатов (рис. 3, c, d). DSC-кривая утрачивает острую форму, экстремум смещается на 18 °C в сторону более низких температур, а площадь под кривой сокращается на 46 %. Это свидетельствует о том, что в ходе механоактивации частично протекает дегидроксилирование минерала.

В результате ударно-истирающая обработка позволяет достичь практически 100 % выхода целевого продукта (рис. 4, кривые 1b – 3b).

Острые и узкие линии (001) и (002) свидетельствуют о достаточно высокой степени упорядоченности кристаллической решетки исходного минерала. Этот показатель оценивали индексом Хинкли (Hinckley index, HI): HI = (A+B) / At.

Величины A, B и At, необходимые для расчета, указаны на рис. 6 (круглая врезка справа). Значения HI обычно варьируются в пределах от < 0.5 (разупорядоченные) до 1.5 (упорядоченные). Для исходного каолина HI = (7.50 + 6.42) / 7.91 = 1.76, что указывало на низкую степень дефектности минерала. После обработки в ПМ индекс снижался до 1.63



Рис. 6. Части дифрактограмм без механической обработки каолинита (*a*) и после предварительной механической обработки в планетарной мельнице (*b*) для расчета индекса Хинкли

Fig. 6. Parts of diffractograms without mechanical treatment of kaolinite (a) and after pretreatment in a planetary mill (b) to calculate the Hinckley index

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлены закономерности процесса муллитообразования из каолинита при различных скоростях нагрева исходного вещества (3, 10, 20 °С/мин). Показано, что с увеличением скорости нагрева выход муллита повышается. Высокая скорость подъема температуры способствует быстрой дегидратации каолинита, сопровождающейся отщеплением гидроксидных групп и разупорядочением структуры. Истирающая обработка ШКМ способствует небольшому каолинита в смещению максимума процесса дегидроксилирования (на 6 °C) и не способствует росту выхода продукта (муллита). Ударноистирающая нагрузка в ПМ приводит к разупорядочению структуры (уменьшению термоэффекта отщепления гидроксогрупп, снижению индекса Хинкли с 1.76 до 1.63), а также к увеличению содержания муллита практически до 100 %.

Исследование проведено с использованием ресурсов Центра коллективного пользования научным оборудованием ИГХТУ (при поддержке Минобрнауки России, соглашение № 075-15-2021-671).

The study was carried out using the resources of the Center for Shared Use of Scientific Equipment of the ISUCT (with the support of the Ministry of Science and Higher Education of Russia, grant No. 075-15-2021-671).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Schneider H., Fischer R. X., Schreuer J. Mullite: crystal structure and related properties // Journal of the American Ceramic Society, 2015, vol. 98, pp. 2948-2967. https://doi.org/10.1111/jace.13817

**2.** Araújo A. J. M., Alves H. P. A., Andrade R. M., Campos L. F. A., Macedo D. A., Pinho A. L. S., Nascimento P. M., Paskocimas C. A. Designing experiments for the optimization of solid-state synthesis and characterization of alumina-based composites // Ceramics International, 2019, vol. 45, pp. 8525-8532. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.166

**3.** Saeidabadi E. K., Ebadzadeh T., Salahi E. Preparation of mullite from alumina/aluminum nitrate and kaolin clay through spark plasma sintering process // Ceramics International, 2018, vol. 44, pp. 21053-21066. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.142

**4.** Demir F. Crude kaolin dissolution in the absence and presence of sodium poly(acrylic acid), sodium hexametaphosphate, and sodium silicate under different experimental conditions // Clays and Clay Minerals, 2016, vol. 64, no. 6, pp. 753-766. https://doi.org/10.1346/CCMN.2016.064029

**5.** Chen Y. F., Wang M. C., Hon M. H. Phase transformation and growth of mullite in kaolin ceramics // Journal of the European Ceramic Society, 2004, vol. 24, pp. 2389-2397. https://doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00631-9

**6.** Avvakumov E. G., Senna M., Kosova N. Soft Mechanochemical Synthesis. New York: Springer Publ., 2001. 208 p. <u>https://doi.org/10.1007/b114163</u>

7. Balaž P. Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering. Berlin: Springer Verlag, 2008. https://doi.org/10.1007/978-3-540-74855-7

**8.** Болдырев В. В. Механохимия и механическая активация твердых веществ // Успехи химии. 2006. Т. 75, № 3. С. 203-216.

9. Valášková M., Barabaszová K., Hundáková M., Ritz M., Plevová E. Effect of brief milling and acid treatment on two ordered and disordered kaolinite structures // Applied Clay Science, 2011, vol. 54, pp. 70-76. https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.07.014

**10.** Dellisanti F., Valdrè G. The role of microstrain on the thermostructural behaviour of industrial kaolin deformed by ball milling at low mechanical load // International Journal of Mineral Processing, 2012, vol. 102-103, pp. 69-77. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2011.09.011

**11.** Ding S., Zhang L., Ren X., Xu B., Zhang H., Ma F. The characteristics of mechanical grinding on kaolinite structure and thermal behavior // Energy Procedia, 2012, vol. 16, pp. 1237-1240. <u>https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.01.197</u>

**12.** Hamzaoui R., Muslim F., Guessasma S., Bennabi A., Guillin J. Structural and thermal behavior of proclay kaolinite using high energy ball milling process // Powder Technology, 2015, vol. 271, pp. 228-237. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.11.018

**13.** Mitrović A., Zdujić M. Preparation of pozzolanic addition by mechanical treatment of kaolin clay // International Journal of Mineral Processing, 2014, vol. 132, pp. 59-66. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.09.004

**14.** Vizcayno C., de Gutiérrez R. M., Castello R., Rodriguez E., Guerrero C. E. Pozzolan obtained by mechanochemical and thermal treatment of kaolin // Applied Clay Science, 2010, vol. 49, pp. 405-413. <u>https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.09.008</u>

#### REFERENCES

1. Schneider H., Fischer R. X., Schreuer J. Mullite: crystal structure and related properties. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, vol. 98, pp. 2948-2967. https://doi.org/10.1111/jace.13817

**2.** Araújo A. J. M., Alves H. P. A., Andrade R. M., Campos L. F. A., Macedo D. A., Pinho A. L. S., Nascimento P. M., Paskocimas C. A. Designing experiments for the optimization of solid-state synthesis and characterization of alumina-based composites. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, pp. 8525-8532. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.166

**3.** Saeidabadi E. K., Ebadzadeh T., Salahi E. Preparation of mullite from alumina/aluminum nitrate and kaolin clay through spark plasma sintering process. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, pp. 21053-21066. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.142

**4.** Demir F. Crude kaolin dissolution in the absence and presence of sodium poly(acrylic acid), sodium hexametaphosphate, and sodium silicate under different experimental conditions. *Clays and Clay Minerals*, 2016, vol. 64, no. 6, pp. 753-766. https://doi.org/10.1346/CCMN.2016.064029

**5.** Chen Y. F., Wang M. C., Hon M. H. Phase transformation and growth of mullite in kaolin ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2004, vol. 24, pp. 2389-2397. https://doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00631-9

**6.** Avvakumov E. G., Senna M., Kosova N. Soft Mechanochemical Synthesis. New York: Springer Publ., 2001. 208 p. <u>https://doi.org/10.1007/b114163</u>

7. Balaž P. Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering. Berlin: Springer Verlag, 2008. https://doi.org/10.1007/978-3-540-74855-7

**8.** Boldyrev V. V. Mechanochemistry and mechanical activation of solids. *Russian Chemical Reviews*, 2006, vol. 75. C. 177-189. https://doi.org/10.1070/RC2006v075n03ABEH001205

9. Valášková M., Barabaszová K., Hundáková M., Ritz M., Plevová E. Effect of brief milling and acid treatment on two ordered and disordered kaolinite structures. *Applied Clay Science*, 2011, vol. 54, pp. 70-76. https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.07.014

**10.** Dellisanti F., Valdrè G. The role of microstrain on the thermostructural behaviour of industrial kaolin deformed by ball milling at low mechanical load. *International Journal of Mineral Processing*, 2012, vol. 102-103, pp. 69-77. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2011.09.011

**11.** Ding S., Zhang L., Ren X., Xu B., Zhang H., Ma F. The characteristics of mechanical grinding on kaolinite structure and thermal behavior. *Energy Procedia*, 2012, vol. 16, pp. 1237-1240. <u>https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.01.197</u>

**12.** Hamzaoui R., Muslim F., Guessasma S., Bennabi A., Guillin J. Structural and thermal behavior of proclay kaolinite using high energy ball milling process. *Powder Technology*, 2015, vol. 271, pp. 228-237. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.11.018

**13.** Mitrović A., Zdujić M. Preparation of pozzolanic addition by mechanical treatment of kaolin clay. *International Journal of Mineral Processing*, 2014, vol. 132, pp. 59-66. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.09.004

**14.** Vizcayno C., de Gutiérrez R. M., Castello R., Rodriguez E., Guerrero C. E. Pozzolan obtained by mechanochemical and thermal treatment of kaolin. *Applied Clay Science*, 2010, vol. 49, pp. 405-413. <u>https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.09.008</u>

15. Ilić B., Radonianin V., Malešev M., Zdujić M., Mitrović A. Effects of mechanical and thermal activation on pozzolanic activity of kaolin containing mica // Applied Clay Science, 2016, vol. 123, pp. 173-181. https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.01.029

16. Tole J., Habermehl-Cwirzen K., Cwirzen A. Mechanochemical activation of natural clay minerals: an alternative to produce sustainable cementitious binders - review // Mineralogy and Petrology, 2019, vol. 113, pp. 449-462. https://doi.org/10.1007/s00710-019-00666-y

17. Becker E., Jiusti J., Minatto F. D., Delavi D. E. E., Montedo O. R. K., de Noni R. Jr. Use of mechanically-activated kaolin to replace ball clay in engobe for a ceramic tile // Cerâmica, 2017, vol. 63, pp. 295-302. https://doi.org/10.1590/0366-69132017633672077

18. Heah C. Y., Kamarudin H., Al. Bakri A. M. M., Bnhussain M., Luqman M., Khairul N. J., Ruzaidi C. M., Liew Y. M. Studies on Mechanical Activation of Kaolin in Synthesis of Geopolymers // Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 2013, Special issue 2, 7(5), pp. 34-39.

19. Bálczár I., Korim T., Kovács A., Makó E. Mechanochemical and thermal activation of kaolin for manufacturing geopolymer mortars - Comparative study // Ceramics International, 2016, vol. 42, no. 14, pp. 15367-15375. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.182

20. Ondruška J., Csáki S., Trnovcová V., Štubňa I., Lukáč F., Pokorný J., Vozár L., Dobroň P. Influence of mechanical activation on DC conductivity of kaolin // Applied Clay Science, 2018, vol. 154, pp. 36-42. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.12.038

21. Seifi S., Diatta-Dieme M. T., Blanchart P., Lecomte-Nana G. L., Kobor D., Petit S. Kaolin intercalated by urea. Ceramic applications // Construction and Building Materials, 2016, vol. 113, pp. 579-585.

https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.095

22. Ebadzadeh T. Effect of mechanical activation and microwave heating on synthesis and sintering of nano-structured mullite // Journal of Alloys Compounds, 2010, vol. 489, no. 1, pp. 125-129. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.09.030

23. Filatova N. V., Kosenko N. F., Denisova O. P., Sadkova K. S. The physicochemical investigation of the Zhuravliny Log kaolin. Part 1 // Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и химическая технология. 2022. Т. 65. Вып. 8. С. 85-93.

https://doi.org/10.6060/ivkkt.20226508.6656

24. Castelein O., Soulestin B., Bonnet J. P., Blanchard P. The influence of heating rate on the thermal behaviour and mullite formation from a kaolin raw material // Ceramics International, 2001, vol. 27, pp. 517-522. https://doi.org/10.1016/S0272-8842(00)00110-3

#### Информация об авторах

Филатова Наталья Владимировна, кандидат химических наук, заведующий кафедрой, ИГХТУ, Иваново, Российская Федерация, e-mail: zyanata@mail.ru

Косенко Надежда Федоровна, доктор технических наук, профессор, ИГХТУ, Иваново, Российская Федерация

Баданов Максим Анатольевич, студент, ИГХТУ, Иваново, Российская Федерация

15. Ilić B., Radonianin V., Malešev M., Zdujić M., Mitrović A. Effects of mechanical and thermal activation on pozzolanic activity of kaolin containing mica. Applied Clay Science, 2016, vol. 123, pp. 173-181. https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.01.029

16. Tole J., Habermehl-Cwirzen K., Cwirzen A. Mechanochemical activation of natural clay minerals: an alternative to produce sustainable cementitious binders - review. Mineralogy and Petrology, 2019, vol. 113, pp. 449-462. https://doi.org/10.1007/s00710-019-00666-y

17. Becker E., Jiusti J., Minatto F. D., Delavi D. E. E., Montedo O. R. K., de Noni R. Jr. Use of mechanically-activated kaolin to replace ball clay in engobe for a ceramic tile. Cerâmica, 2017, vol. 63, pp. 295-302. https://doi.org/10.1590/0366-69132017633672077

18. Heah C. Y., Kamarudin H., Al. Bakri A. M. M., Bnhussain M., Luqman M., Khairul N. J., Ruzaidi C. M., Liew Y. M. Studies on Mechanical Activation of Kaolin in Synthesis of Geopolymers. Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 2013, Special issue 2, 7(5), pp. 34-39.

19. Bálczár I., Korim T., Kovács A., Makó E. Mechanochemical and thermal activation of kaolin for manufacturing geopolymer mortars - comparative study. Ceramics International, 2016, vol. 42, no. 14, pp. 15367-15375. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.182

20. Ondruška J., Csáki S., Trnovcová V., Štubňa I., Lukáč F., Pokorný J., Vozár L., Dobroň P. Influence of mechanical activation on DC conductivity of kaolin. Applied Clay Science, 2018, vol. 154, pp. 36-42. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.12.038

21. Seifi S., Diatta-Dieme M. T., Blanchart P., Lecomte-Nana G. L., Kobor D., Petit S. Kaolin intercalated by urea. Ceramic applications. Construction and Building Materials, 2016, vol. 113, pp. 579-585. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.095

22. Ebadzadeh T. Effect of mechanical activation and microwave heating on synthesis and sintering of nano-structured mullite. Journal of Alloys Compounds, 2010, vol. 489, no. 1, pp. 125-129. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.09.030

23. Filatova N. V., Kosenko N. F., Denisova O. P., Sadkova K. S. The physicochemical investigation of the Zhuravliny Log kaolin. Part 1. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Seriya: Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya [ChemChemTech.]. 2022, vol. 65, no. 8, pp. 85-93. https://doi.org/10.6060/ivkkt.20226508.6656

24. Castelein O., Soulestin B., Bonnet J. P., Blanchard P. The influence of heating rate on the thermal behaviour and mullite formation from a kaolin raw material. Ceramics International, 2001, vol. 27, pp. 517-522. https://doi.org/10.1016/S0272-8842(00)00110-3

Поступила 19.01.2023; принята к опубликованию 20.02.2023 Received January 19, 2023; accepted February 20, 2023

#### Information about the authors

Natalia V. Filatova, Cand. Sci. (Chem.), Head of Department, Ivanovo State University of Chemistry and Technology, Ivanovo, Russian Federation, e-mail: zvanata@mail.ru

Nadezhda F. Kosenko, Dr. Sci. (Eng.), Professor, Ivanovo State University of Chemistry and Technology, Ivanovo, Russian Federation

Maksim A. Badanov, Student, Ivanovo State University of Chemistry and Technology, Ivanovo, Russian Federation