

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.232684

CORRELATION BETWEEN THE EMULSION OLIGOMERIZATION PARAMETERS FOR C₉ FRACTION AND THE CHARACTERISTICS OF HYDROCARBON RESINS (p. 6–11)

Roman Subtelnyy

Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2919-004X>

Dariia Kichura

Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9585-4943>

Bohdan Dzinyak

Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1824-2871>

This paper investigates the production of hydrocarbon resins by emulsion oligomerization of the C₉ fraction hydrocarbons in liquid by-products of oil refining. Such oligomers have a wide range of applications as film-forming agents in paints and anti-color coatings.

Emulsion oligomerization was carried out using emulsifiers of the first and second kind. The study was performed at different values of the reaction temperature of the reaction duration, the intensity of agitation; concentrations of the emulsifier; C₉:water fraction ratio. The resulting products were estimated according to the following indicators: the yield, unsaturation degree, softening temperature, mean molecular weight, color.

Statistical analysis was carried out, the correlation of parameters of emulsion oligomerization and the yield and characteristics of oligomers was established. Given that, it would be possible to establish the optimal conditions for emulsion oligomerization and predict the properties of the products obtained.

Specifically, it was established that the yield of hydrocarbon resins does not correlate with the reaction temperature (0.15 and 0.30) and the concentration of emulsifiers (0.08 and 0.03). It was proven that in the intervals studied the variable yield of oligomers depends on the duration of the reaction (correlation 0.88 and 0.81). In the case of oligomerization in the reverse emulsion, a significant correlation with the yield is also demonstrated by agitation intensity (0.51) and a C₉:water fraction ratio (0.51). That has made it possible to derive an equation of the yield multiple linear regression dependent on the most significant process parameters. The high values of the yield and bromine number correlation (0.94 and 0.93) give grounds to argue about the progress of oligomerization reaction. The relationship among the characteristics of oligomers has been confirmed. This indicates the possibility of directed adjustment of certain characteristics of hydrocarbon resins.

Keywords: liquid pyrolysis products, hydrocarbon resin, petroleum polymer resin, emulsion oligomerization, C₉ fraction.

References

- Zohuriaan-Mehr, M. J., Omidian, H. (2000). Petroleum Resins: An Overview. *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, 40 (1), 23–49. doi: <https://doi.org/10.1081/mc-100100577>
- Mildenberg, R., Zander, M., Collin, G. (2008). *Hydrocarbon resins*. John Wiley & Sons, 191.
- Rahmatpour, A., Ghasemi Meymandi, M. (2021). Large-Scale Production of C₉ Aromatic Hydrocarbon Resin from the Cracked-Petroleum-Derived C₉ Fraction: Chemistry, Scalability, and Techno-economic Analysis. *Organic Process Research & Development*, 25 (1), 120–135. doi: <https://doi.org/10.1021/acs.oprd.0c00474>
- Dumskiy, Yu. V., No, B. I., Butov, G. M. (1999). *Himiya i tekhnologiya neftepolimernyh smol*. Moscow: Himiya, 302.
- Bondaletov, V. G., Vosmerikov, A. V., Bondaletova, L. I., Van Thanh, N., Bondaletova, A. V. (2018). Protective bitumen-resin coatings based on aromatic petroleum resin. *AIP Conference Proceedings*. doi: <https://doi.org/10.1063/1.5083280>
- Nie, X., Hou, T., Yao, H., Li, Z., Zhou, X., Li, C. (2019). Effect of C₉ petroleum resins on improvement in compatibility and properties of SBS-modified asphalt. *Petroleum Science and Technology*, 37 (14), 1704–1712. doi: <https://doi.org/10.1080/10916466.2019.1602642>
- Gnativ, Z., Nylukyshyn, I., Pikh, Z., Voronchak, T., Rypka, A. (2014). Catalytic Cooligomerization of Styrene and Dicyclopentadiene: Yield and Properties Dependence on Reaction Mixture Composition. *Chemistry & Chemical Technology*, 8 (2), 165–170. doi: <https://doi.org/10.23939/chcht08.02.165>
- Yang, J., Cao, Z., Qi, Y. (2014). Polymerization of C₉ Fraction from Ethylene Cracking Catalyzed by Al³⁺-Loaded Styrenic Cation Exchange Resin. *Asian Journal of Chemistry*, 26 (19), 6658–6664. doi: <https://doi.org/10.14233/ajchem.2014.17387>
- Bondaletov, V. G., Bondaletova, L. I., Thanh, N. V., Prokopyeva, T. A. (2016). Modification of aromatic petroleum resin. *Petroleum and Coal*, 58 (5), 578–584.
- Fuch, U., Dzinyak, B., Subtelnyy, R. (2015). Study of emulsifier nature effect on the process of hydrocarbon fraction cooligomerization in the emulsion. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (6(76)), 54–57. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2015.47205>
- Subtelnyi, R. O., Orobchuk, O. M., Dzinyak, B. O. (2020). Comparative study of the hydrocarbon resins production of by the C₉ fraction emulsion and suspension oligomerization. *Chemistry, Technology and Application of Substances*, 3 (1), 65–69. doi: <https://doi.org/10.23939/ctas2020.01.065>
- Kovačić, S., Slugovc, C. (2020). Ring-opening Metathesis Polymerisation derived poly(dicyclopentadiene) based materials. *Materials Chemistry Frontiers*, 4 (8), 2235–2255. doi: <https://doi.org/10.1039/d0qm00296h>
- Yao, Z., Xu, X., Dong, Y., Liu, X., Yuan, B., Wang, K. et. al. (2020). Kinetics on thermal dissociation and oligomerization of dicyclopentadiene in a high temperature & pressure microreactor. *Chemical Engineering Science*, 228, 115892. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2020.115892>
- Orobchuk, O. M., Subtelnyi, R. O., Maresh, Z. Yu., Dziniak, B. O. (2014). Dvostadiynyi sposib initsiyovanoi koolihomeryzatsiyi nenasychenykh vuhlevodniv fraktsiyi S9. *Visnyk Natsionalnoho universytetu "Lvivska politekhnika"*. *Khimiya, Tekhnolohiya rechovyn ta yikh Zastosuvannia*, 787, 153–157. Available at: <http://ena.lp.edu.ua:8080/bitstream/ntb/24888/1/32-153-157.pdf>

15. Draper, N. R., Smith, H. (1998). *Applied Regression Analysis*. Wiley Series in Probability and Statistics. doi: <https://doi.org/10.1002/9781118625590>
16. Chern, C.-S. (2008). *Principles and Applications of Emulsion Polymerization*. John Wiley & Sons, Inc. doi: <https://doi.org/10.1002/9780470377949>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231449
ESTABLISHING RATIONAL CONDITIONS FOR
OBTAINING POTASSIUM GLYCERATE (p. 12–18)

Natalia Sytnik

Ukrainian Scientific Research Institute of Oils and Fats of the
National Academy of Agricultural Sciences of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3970-086X>

Ekaterina Kunitsia

Kharkiv Institute of Trade and Economics of Kyiv National
University of Trade and Economics, Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5577-7026>

Viktoriya Mazaeva

Ukrainian Scientific Research Institute of Oils and Fats of the
National Academy of Agricultural Sciences of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5560-9126>

Anton Chernukha

National University of Civil Defence of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0365-3205>

Kostiantyn Ostapov

National University of Civil Defence of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1275-741X>

Pavlo Borodych

National University of Civil Defence of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9933-8498>

Valerii Mazurenko

Institute of Public Administration and Research in Civil
Protection, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7111-8829>

Oleksandr Kovalov

Institute of Public Administration and Research in Civil Protection,
Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7510-032X>

Victoria Velma

National University of Pharmacy, Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3235-3655>

Vitalii Kolokolov

National University of Civil Defence of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1155-5170>

This paper reports a study into the dependence of efficient glycerate potassium production involving glycerin and potassium hydroxide solution on the process conditions. The concentration of potassium glycerate in the resulting product has been used as a parameter of the efficient glycerate potassium production process.

Glycerates of metals are applied to produce articles in the construction industry, electronics, medicine; they are employed as transesteri-

fication catalysts to obtain special fats for various purposes, as well as biodiesel fuel.

In order to derive potassium glycerate, heating was applied while agitating a mixture of glycerin and potassium hydroxide.

The analysis of potassium hydroxide was performed, in which the basic substance mass fraction was 85.5 %, the mass fraction of carbonate potassium – 0.9 %. The p.a.-grade glycerin was applied in this work, whose basic substance mass fraction was 99.5 %.

The effect of the heating temperature of the reaction mixture on the concentration of potassium glycerate in the product has been determined. It has been shown that the rational heating temperature is 145 °C.

The dependence of potassium glycerate concentration in the resulting product on the following conditions of the process has been established: a change in the molar concentration of glycerin and a reaction mixture heating duration.

Such rational conditions for obtaining potassium glycerate have been defined as a molar concentration of glycerin of 60 % and a heating duration of 4 hours. The experimentally established concentration of potassium glycerate in the product under these conditions was 75.77 %.

For potassium glycerate, the melting point (69 °C) and the mass fraction of moisture (0.8 %) have been determined.

The results of experimental studies would make it possible to obtain potassium glycerate directly at enterprises where the glycerates of metals are used, from available raw materials, under rational conditions. The defined conditions for obtaining potassium glycerate could make it possible to efficiently utilize material and energy resources.

Keywords: potassium glycerate, potassium hydroxide, glycerin, reaction mixture, basic substance content.

References

1. Rahmankulov, D. L., Kimsanov, B. H., Chanyshev, R. R. (2003). *Fizicheskie i himicheskie svoystva glitserina*. Moscow: Himiya, 200. Available at: https://www.studmed.ru/rahmankulov-dl-kimsanov-bh-chanyshev-rr-fizicheskie-i-himicheskie-svoystva-glicerina_a990eae1973.html
2. Geibel, J. P., Kirchhoff, P. (2006). Pat. No. EP1976532A2. Fast acting inhibitor of gastric acid secretion. declared: 27.01.2006; published: 11.11.2015. Available at: <https://patents.google.com/patent/EP1976532A2/en>
3. Novikov, O. O., Novykova, L. V., Semenchko, O. O. (2004). Pat. No. 4382 UA. A method for the glass chemical treatment. No. 2004042569; declared: 06.04.2004; published: 17.01.2005, Bul. No. 1. Available at: <https://uapatents.com/2-4382-sposib-khimichno-obrobki-skla.html>
4. Pradhan, S., Shen, J., Emami, S., Naik, S. N., Reaney, M. J. T. (2014). Fatty acid methyl esters production with glycerol metal alkoxide catalyst. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 116 (11), 1590–1597. doi: <https://doi.org/10.1002/ejlt.201300477>
5. Hsiao, M.-C., Chang, L.-W., Hou, S.-S. (2019). Study of Solid Calcium Diglyceroxide for Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Using a High Speed Homogenizer. *Energies*, 12 (17), 3205. doi: <https://doi.org/10.3390/en12173205>
6. Teslenko, A., Chernukha, A., Bezuglov, O., Bogatov, O., Kunitsia, E., Kalyna, V. et. al. (2019). Construction of an algorithm for building regions of questionable decisions for devices containing gases in a linear multidimensional space of hazardous factors. *Eastern-European*

Journal of Enterprise Technologies, 5 (10 (101)), 42–49. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.181668>

7. Pradhan, S., Shen, J., Emami, S., Mohanty, P., Naik, S. N., Dalai, A. K., Reaney, M. J. T. (2017). Synthesis of potassium glyceroxide catalyst for sustainable green fuel (biodiesel) production. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 46, 266–272. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.10.038>
8. Reyero, I., Arzamendi, G., Gandía, L. M. (2014). Heterogenization of the biodiesel synthesis catalysis: CaO and novel calcium compounds as transesterification catalysts. *Chemical Engineering Research and Design*, 92 (8), 1519–1530. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.11.017>
9. Lukić, I., Kesić, Ž., Zdujčić, M., Skala, D. (2016). Calcium diglyceroxide synthesized by mechanochemical treatment, its characterization and application as catalyst for fatty acid methyl esters production. *Fuel*, 165, 159–165. doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.10.063>
10. Sánchez-Cantú, M., Reyes-Cruz, F. M., Rubio-Rosas, E., Pérez-Díaz, L. M., Ramírez, E., Valente, J. S. (2014). Direct synthesis of calcium diglyceroxide from hydrated lime and glycerol and its evaluation in the transesterification reaction. *Fuel*, 138, 126–133. doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.08.006>
11. Bradley, D., Levin, E., Rodriguez, C., Williard, P. G., Stanton, A., Socha, A. M. (2016). Equilibrium studies of canola oil transesterification using a sodium glyceroxide catalyst prepared from a biodiesel waste stream. *Fuel Processing Technology*, 146, 70–75. doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2016.02.009>
12. Kovaliova, O., Tchoursinov, Y., Kalyna, V., Koshulko, V., Kunitsia, E., Chernukha, A. et al. (2020). Identification of patterns in the production of a biologically-active component for food products. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 2 (11 (104)), 61–68. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2020.200026>
13. Sytnik, N., Kunitsa, E., Mazaeva, V., Chernukha, A., Bezuglov, O., Bogatov, O. et al. (2020). Determination of the influence of natural antioxidant concentrations on the shelf life of sunflower oil. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (11 (106)), 55–62. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2020.209000>
14. Papargyriou, D., Broumidis, E., de Vere-Tucker, M., Gavrielides, S., Hilditch, P., Irvine, J. T. S., Bonaccorso, A. D. (2019). Investigation of solid base catalysts for biodiesel production from fish oil. *Renewable Energy*, 139, 661–669. doi: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.02.124>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233511

OIL WELLS HYDRATE FORMATION REGULARITIES

(p. 19–24)

Anna Liashenko

National University «Yuri Kondratyuk Poltava Polytechnic»,
Poltava, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6560-9931>

Valeriy Makarenko

National University «Yuri Kondratyuk Poltava Polytechnic»,
Poltava, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6668-3957>

Yuriy Vynnykov

National University «Yuri Kondratyuk Poltava Polytechnic»,
Poltava, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2164-9936>

Oleksandr Petrash

National University «Yuri Kondratyuk Poltava Polytechnic»,
Poltava, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8151-6460>

The paper considers the process of hydrate-paraffin deposits formation in oil wells. Due to the research with the author's specially designed laboratory equipment – an experimental installation containing a technological unit and an information-measuring system, the most favorable pressure-temperature conditions of hydrate formation in a wide range of pressure (0.1–120 MPa) and temperature (from –20 to +80 °C) were determined. The experimental results made it possible to determine the conditions required for hydrate deposits and iron (Fe) oxides in the range of temperature from –15 to +60 °C and pressure from 0 to 60 MPa. These results are confirmed by thermodynamic calculations of the oil-gas-hydrate phase equilibria in the annulus of the well. Data processing was performed using the methods of correlation, dispersion and regression analysis, which allowed comparing the processes of hydrates and iron (Fe) oxides formation in the annulus of oil wells. The results of the study can be used to prevent and eliminate hydrate-paraffin plugs in the downhole equipment of oil wells, and also to determine the operation mode of the well for long-term operation of the downhole equipment without complications, accidents and stops for repair works, which reduces downtime.

Keywords: hydrate-paraffin formation, iron oxides, tubing, casing, well.

References

1. Akhflash, M., Aman, Z. M., Ahn, S. Y., Johns, M. L., May, E. F. (2016). Gas hydrate plug formation in partially-dispersed water–oil systems. *Chemical Engineering Science*, 140, 337–347. doi: <http://doi.org/10.1016/j.ces.2015.09.032>
2. Zhang, D., Huang, Q., Wang, W., Li, H., Zheng, H., Li, R. et al. (2021). Effects of waxes and asphaltenes on CO₂ hydrate nucleation and decomposition in oil-dominated systems. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 88, 103799. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jngse.2021.103799>
3. Boiko, V. S., Boiko, R. V. (2010). Vydobuvannya i transportuvannya hidratoutvoriuvalnykh pryrodnykh i naftovykh haziv. *Ivano-Frankivsk: Vyd.-vo «Nova Zoria»*, 747.
4. Fink, J. (2021). Gas hydrate control. *Petroleum Engineer's Guide to Oil Field Chemicals and Fluids*. Elsevier Inc., 531–610. doi: <http://doi.org/10.1016/b978-0-323-85438-2.00013-x>
5. Bai, Y., Bai, Q. (2019). Hydrates. *Subsea Engineering Handbook*. Elsevier Inc., 409–434. doi: [10.1016/b978-0-12-812622-6.00015-4](https://doi.org/10.1016/b978-0-12-812622-6.00015-4)
6. Vyatchinin, M. G., Pravednikov, N. K., Batalin, O. Yu. et al. (1998). Usloviya i zony gidratoobrazovaniya v zatrubnom prostranstve neftyanoy skvazhiny. *Neftyanoe khozyaystvo*, 2, 56–57.
7. Vyatchinin, M. G., Pravednikov, N. K., Batalin, O. Yu. et al. (2001). Zakonomernosti gidratoobrazovaniya v zatrubnom prostranstve neftyanoy skvazhiny. *Neftyanoe khozyaystvo*, 4, 54–57.
8. Greaves, D., Boxall, J., Mulligan, J., Sloan, E. D., Koh, C. A. (2008). Hydrate formation from high water content crude oil emulsions. *Chemical Engineering Science*, 63 (18), 4570–4579. doi: <http://doi.org/10.1016/j.ces.2008.06.025>
9. Maganov, R., Vakhitov, G., Vafina, N. (2000). Optimalnaya tekhnologiya borby s gidratoparaffinovymi otlozheniyami. *Neft Rossii*, 3, 96–99.

10. Vyatchinin, M. G., Batalin, O. Yu., Schepkina, N. E. (2000). Opre-delenie rezhimov i zon gidratoobrazovaniya v neftyanykh skvazhi-nakh. *Neftyanoe khozyaystvo*, 7, 38–44.
11. Liu, Y., Shi, B., Ding, L., Ma, Q., Chen, Y., Song, S. et. al. (2019). Study of hydrate formation in water-in-waxy oil emulsions consider-ing heat transfer and mass transfer. *Fuel*, 244, 282–295. doi: <http://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.02.014>
12. Zhong, Y., Rogers, R. E. (2000). Surfactant effects on gas hydrate formation. *Chemical Engineering Science*, 55 (19), 4175–4187. doi: [http://doi.org/10.1016/S0009-2509\(00\)00072-5](http://doi.org/10.1016/S0009-2509(00)00072-5)
13. Davies, S. R., Boxall, J. A., Koh, C., Sloan, E. D., Hemmingsen, P. V., Kinnari, K. J., Xu, Z.-G. (2009). Predicting Hydrate-Plug Formation in a Subsea Tieback. *SPE Production & Operations*, 24 (4), 573–578. doi: <http://doi.org/10.2118/115763-pa>
14. Daraboina, N., Pachitsas, S., von Solms, N. (2015). Natural gas hy-drate formation and inhibition in gas/crude oil/aqueous systems. *Fuel*, 148, 186–190. doi: <http://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.01.103>
15. Vyatchinin, M. G., Batalin, O. Yu., Schepkina, N. E. (2000). Opre-delenie rezhimov i zon gidratoobrazovaniya v neftyanykh skvazhi-nakh. *Neftyanoe khozyaystvo*, 7, 38–44.
16. Mansoori, G. A. Paraffin / Wax and Waxy Crude Oil. The Role of Temperature on Heavy Organics Deposition from Petroleum Flu-ids. Available at: http://www.uic.edu/~mansoori/Wax.and.Waxy.Crude_html

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231479

DESIGN OF LIQUID COMPOSITE MATERIALS FOR SHIELDING ELECTROMAGNETIC FIELDS (p. 25–31)

Valentyn Glyva

National Aviation University, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1257-3351>

Volodymyr Bakharev

Kremenchuk Mykhailo Ostrohradskyi National University,
Kremenchuk, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9312-654X>

Natalia Kasatkina

National University of Food Technologies, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6905-7502>

Oleg Levchenko

National Technical University of Ukraine
“Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute”, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9737-7212>

Larysa Levchenko

National Technical University of Ukraine
“Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute”, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7227-9472>

Nataiia Burdeina

Kyiv National University of Construction and Architecture,
Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2812-1387>

Sergii Guzii

National University of Civil Defence of Ukraine,
Kharkiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0147-5035>

Olena Panova

Kyiv National University of Construction and Architecture,
Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7975-1584>

Oksana Tykhenko

National Aviation University, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6459-6497>

Yana Biruk

Kyiv National University of Construction and Architecture,
Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3669-9744>

This paper reports the principles of design and the examined protective properties of liquid materials for shielding the electric, magnetic, and electromagnetic fields over a wide frequency range. The materials were made on the basis of iron ore concentrate and a pigment additive, with water-dispersed and geopolymer paints used as a matrix. The tests of protective properties for the electrical and magnetic components of the electromagnetic field of industrial frequency showed that the electric field shielding coefficients at a concentration of the screening substance of 15–60 % (by weight) equaled 1.1–8.6; magnetic field – 1.2–5.3. The shielding coefficients of the material based on a water-dispersed paint are lower than those of a geopolymer one, which can be explained by the oxidation of an iron-containing component and a decrease in electrical conductivity. The shielding coefficients of the electromagnetic field with a frequency of 2.45 GHz are 1.2–7.9. The highest coefficients are inherent in the material with filler made of iron ore concentrate and titanium-containing pigment powder in a ratio of 1:1.

To design materials with the required (predictable) protective properties, the relative magnetic, dielectric permeability of materials was calculated. It is shown that the obtained data are acceptably the same as the results from direct measurements of magnetic and dielectric permeability and could be used to calculate the wave resistance of the material and the predicted reflection coefficient of electromagnetic waves. Thus, there is reason to assert the need to build a database on the frequency dependence of effective magnetic and dielectric permeability in order to automate the design processes of composite materials with predefined protective properties.

Keywords: electromagnetic field, shielding coefficient, magnetic permeability, dielectric permeability, composite materials.

References

1. Vergallo, C., Dini, L. (2018). Comparative Analysis of Biological Effects Induced on Different Cell Types by Magnetic Fields with Magnetic Flux Densities in the Range of 1–60 mT and Frequencies up to 50 Hz. *Sustainability*, 10 (8), 2776. doi: <https://doi.org/10.3390/su10082776>
2. Duhaini, I. (2016). The effects of electromagnetic fields on human health. *Physica Medica*, 32, 213. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ejmp.2016.07.720>
3. Patil, N., Velhal, N. B., Pawar, R., Puri, V. (2015). Electric, magnetic and high frequency properties of screen printed ferrite-ferroelectric composite thick films on alumina substrate. *Microelectronics International*, 32 (1), 25–31. doi: <https://doi.org/10.1108/mi-12-2013-0080>
4. Mondal, S., Ganguly, S., Das, P., Khastgir, D., Das, N. C. (2017). Low percolation threshold and electromagnetic shielding effectiveness of nano-structured carbon based ethylene methyl acrylate nanocomposites. *Composites Part B: Engineering*, 119, 41–56. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.03.022>
5. Yadav, R. S., Kuritka, I., Vilcakova, J., Machovsky, M., Skoda, D., Urbanek, P. et. al. (2019). Polypropylene Nanocomposite Filled with Spinel Ferrite NiFe₂O₄ Nanoparticles and In-Situ Thermally-Re-

- duced Graphene Oxide for Electromagnetic Interference Shielding Application. *Nanomaterials*, 9 (4), 621. doi: <https://doi.org/10.3390/nano9040621>
6. Tahmasebi Birgani, M. J., Zabihzadeh, M., Aliakbari, S., Behrouz, M. A., Hosseini, S. M. (2019). Evaluation of Putty Metal for Internal Shielding for Patient Protection in Electron Therapy by Monte Carlo Study. *Jundishapur Journal of Natural Pharmaceutical Products*, 14 (2), e12589. doi: <https://doi.org/10.5812/jjnpp.12589>
 7. Zhang, L., Bi, S., Liu, M. (2020). Lightweight Electromagnetic Interference Shielding Materials and Their Mechanisms. *Electromagnetic Materials and Devices*. doi: <https://doi.org/10.5772/intechopen.82270>
 8. Belyaev, A. A., Bepalova, E. E., Lepeshkin, V. V. (2015). Radio absorbing materials based on finishing construction materials for protection against microwave radiation of base stations of cellular communication. *Trudy VIAM*, 6, 80–88.
 9. Barsukov, V., Senyk, I., Kryukova, O., Butenko, O. (2018). Composite Carbon-Polymer Materials for Electromagnetic Radiation Shielding. *Materials Today: Proceedings*, 5 (8), 15909–15914. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.06.063>
 10. Senyk, I. V., Kuryptya, Y. A., Barsukov, V. Z., Butenko, O. O., Khomenko, V. G. (2020). Development and Application of Thin Wide-Band Screening Composite Materials. *Physics and Chemistry of Solid State*, 21 (4), 771–778. doi: <https://doi.org/10.15330/pcss.21.4.771-778>
 11. Guzii, S., Kryvenko, P., Guzii, O., Yushkevich, S. (2019). Determining the effect of the composition of an aluminosilicate binder on the rheotechnological properties of adhesives for wood. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 6 (6 (102)), 30–38. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.185728>
 12. Glyva, V., Podkopaev, S., Levchenko, L., Karaieva, N., Nikolaiev, K., Tykhenko, O. et. al. (2018). Design and study of protective properties of electromagnetic screens based on iron ore dust. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 1 (5 (91)), 10–17. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2018.123622>
 13. Radionov, A. V., Podoltsev, A. D., Radionova, A. A. (2017). Express - method for determining the quality of a magnetic fluid for operation in the working gap of a magnetic fluid seal. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 233, 012038. doi: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/233/1/012038>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.226267

IMPLEMENTATION OF SULFURIC ACID LEACHING FOR ALUMINUM AND IRON REMOVAL FOR IMPROVEMENT OF LOW-GRADE SILICA FROM QUARTZ SAND OF SUKABUMI, INDONESIA (p. 32–40)

Eko Sulistiyono

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4147-3464>

Murni Handayani

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0478-2121>

Agus Budi Prasetyo

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7514-4648>

Januar Irawan

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9687-5869>

Eni Febriana

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1816-9598>

Florentinus Firdiyono

Research Centre for Metallurgy and Material
Indonesian Institute of Sciences, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4686-1626>

Erlina Yustanti

Sultan Ageng Tirtayasa University, Cilegon Banten Indonesia
RCID: <https://orcid.org/0000-0003-3087-1387>

Safetyana Nazaretha Sembiring

Tirtayasa University, Cilegon, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5639-2849>

Firdaus Nugroho

Gedung TBIC Puspiptek, Zona Bisnis Teknologi Kawasan
Puspiptek, Jl. Raya Puspiptek, Gunung Sindur, Bogor, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9067-4732>

Ersan Yudhapratama Muslih

Trisakti University, Grogol Petamburan, Jakarta, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2972-6214>

Indonesia has very abundant reserves of silica, but progressive studies on the deposition of this material are very few, resulting in limited applications of silica. This work refers to the purification of silica from quartz sand originated from Sukabumi, Indonesia to obtain high-purity silica, which can be applied as important raw materials for special purposes. The aim of our research is to improve low-grade silica from quartz sand by removing impurities, especially aluminum and iron removal, using sulfuric acid leaching. In order to achieve the aim, the effect of reaction time and sulfuric acid concentration on the leaching process was investigated. The effectiveness of sulfuric acid for the impurities removal was observed. The chemical composition of the samples before and after leaching was studied using X-ray fluorescence. The mineralogical analysis of the starting materials and the products was conducted using X-ray diffraction. Microstructure analysis was performed using a scanning electron microscope, and EDS test was used to show the element composition at different points. The experimental results show that the optimum condition of the leaching process occurs at a reaction time of 5 hours with a sulfuric acid concentration of 10 N. The silica levels increase from 93.702 % to 96.438 %. Aluminum and iron impurities reduced from 4.691 % to 2.712 % and from 0.641 % to 0.094 %, respectively. At this optimum point, sulfuric acid is very effective to remove aluminum and iron impurities up to 42 % and 85 %, respectively. The results of this research can be a very significant opportunity to increase the value added of quartz sand from Sukabumi, which can

enhance the quality of low-grade silica to provide better raw materials for glass industries.

Keywords: beneficiation, quartz sand, leaching, aluminum removal, iron removal, silica.

References

1. Suratman (2015). Removal of Metallic Impurities From Quartz Sand Using Oxalic Acid. *Indonesian Mining Journal*, 18 (3), 133–141. Available at: <https://jurnal.tekmira.esdm.go.id/index.php/imj/article/view/262/167>
2. Chammas, E., Pnias, D., Taxiarchou, M., Anastakis, G. N., Paspaliaris, I. (2001). Removal of iron and other major impurities from silica sand for the production of high added value materials. *Proceedings of the 9th Balkan Mineral Processing Congress*, 289–295. Available at: https://www.researchgate.net/publication/234107519_Removal_of_iron_and_other_major_impurities_from_silica_sand_for_the_production_of_high_added_value_materials
3. Banza, A. N., Quindt, J., Gock, E. (2006). Improvement of the quartz sand processing at Hohenbocka. *International Journal of Mineral Processing*, 79 (1), 76–82. doi: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2005.11.010>
4. Al-Maghrabi, M.-N. (2004). Improvement of Low-Grade Silica Sand Deposits In Jeddah Area. *Journal of King Abdulaziz University-Engineering Sciences*, 15 (2), 113–128. doi: <https://doi.org/10.4197/eng.15-2.8>
5. Haghi, H., Noaparast, M., Shafaei Tonkaboni, S., Mirmohammadi, M. (2016). A New Experimental Approach to Improve the Quality of Low Grade Silica; The Combination of Indirect Ultrasound Irradiation with Reverse Flotation and Magnetic Separation. *Minerals*, 6 (4), 121. doi: <https://doi.org/10.3390/min6040121>
6. Veglió, F., Passariello, B., Barbaro, M., Plescia, P., Marabini, A. M. (1998). Drum leaching tests in iron removal from quartz using oxalic and sulphuric acids. *International Journal of Mineral Processing*, 54 (3-4), 183–200. doi: [https://doi.org/10.1016/s0301-7516\(98\)00014-3](https://doi.org/10.1016/s0301-7516(98)00014-3)
7. Wahyuningsih, S., Suharty, N. S., Pramono, E., Ramelan, A. H., Sasongko, B., Dewi, A. O. T. et. al. (2018). Iron and boron removal from sodium silicate using complexation methods. *AIP Conference Proceedings*, 1964. doi: <https://doi.org/10.1063/1.5038303>
8. Bessho, M., Fukunaka, Y., Kusuda, H., Nishiyama, T. (2009). High-Grade Silica Refined from Diatomaceous Earth for Solar-Grade Silicon Production. *Energy & Fuels*, 23 (8), 4160–4165. doi: <https://doi.org/10.1021/ef900359m>
9. Buttress, A. J., Rodriguez, J. M., Ure, A., Ferrari, R. S., Dodds, C., Kingman, S. W. (2019). Production of high purity silica by microfluidic-inclusion fracture using microwave pre-treatment. *Minerals Engineering*, 131, 407–419. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11.025>
10. Suratman, S., Handayani, S. (2014). Beneficiation of Sambiroto Silica Sand By Chemical And Biological Leachings. *Indonesian Mining Journal*, 17 (3), 134–143. Available at: <https://jurnal.tekmira.esdm.go.id/index.php/imj/article/view/318/201>
11. Štyriaková, I., Mockovčiaková, A., Štyriak, I., Kraus, I., Uhlík, P., Madejová, J., Orolínová, Z. (2012). Bioleaching of clays and iron oxide coatings from quartz sands. *Applied Clay Science*, 61, 1–7. doi: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.02.020>
12. Wahyuningsih, S., Ramelan, A. H., Suharty, N. S., Handayani, M., Firdiyono, F., Sulistiyono, E. et. al. (2018). Phosphorus Elimination at Sodium Silicate from Quartz Sand Roasted with Complexation using Chitosan-EDTA. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 333, 012050. doi: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/333/1/012050>
13. Febriana, E., Manurung, U. A. B., Prasetyo, A. B., Handayani, M., Muslih, E. Y., Nugroho, F. et. al. (2020). Dissolution of quartz sand in sodium hydroxide solution for producing amorphous precipitated silica. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 858, 012047. doi: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/858/1/012047>
14. Smyth, H. R., Hall, R., Nichols, G. J. (2008). Significant Volcanic Contribution to Some Quartz-Rich Sandstones, East Java, Indonesia. *Journal of Sedimentary Research*, 78 (5), 335–356. doi: <https://doi.org/10.2110/jsr.2008.039>
15. Clements, B., Hall, R. (2006). Provenance of Paleogene sediments in West Java, Indonesia. *Proceedings of the International Geosciences Conference and Exhibition*. Jakarta, 1–5. Available at: http://searg.rhul.ac.uk/pubs/clements_hall_2006%20West%20Java%20provenance_IPA.pdf
16. Hendrizan, M., Praptisih, P., Putra, P. S. (2012). Depositional Environment of the Batuasih Formation on the Basis of Foraminifera Content: A Case Study in Sukabumi Region, West Java Province, Indonesia. *Indonesian Journal on Geoscience*, 7 (2). doi: <https://doi.org/10.17014/ijog.v7i2.139>
17. Anas Boussaa, S., Kheloufi, A., Boutarek Zaourar, N., Bouachma, S. (2017). Iron and Aluminium Removal from Algerian Silica Sand by Acid Leaching. *Acta Physica Polonica A*, 132 (3-II), 1082–1086. doi: <https://doi.org/10.12693/aphyspola.132.1082>
18. Veglió, F., Passariello, B., Abbruzzese, C. (1999). Iron Removal Process for High-Purity Silica Sands Production by Oxalic Acid Leaching. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 38 (11), 4443–4448. doi: <https://doi.org/10.1021/ie990156b>
19. Taxiarchou, M., Pnias, D., Douni, I., Paspaliaris, I., Kontopoulos, A. (1997). Removal of iron from silica sand by leaching with oxalic acid. *Hydrometallurgy*, 46 (1-2), 215–227. doi: [https://doi.org/10.1016/s0304-386x\(97\)00015-7](https://doi.org/10.1016/s0304-386x(97)00015-7)
20. Ubal dini, S., Piga, L., Fornari, P., Massidda, R. (1996). Removal of iron from quartz sands: A study by column leaching using a complete factorial design. *Hydrometallurgy*, 40 (3), 369–379. doi: [https://doi.org/10.1016/0304-386x\(95\)00012-6](https://doi.org/10.1016/0304-386x(95)00012-6)
21. Du, F., Li, J., Li, X., Zhang, Z. (2011). Improvement of iron removal from silica sand using ultrasound-assisted oxalic acid. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18 (1), 389–393. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2010.07.006>
22. Zhang, Z., Li, J., Li, X., Huang, H., Zhou, L., Xiong, T. (2012). High efficiency iron removal from quartz sand using phosphoric acid. *International Journal of Mineral Processing*, 114-117, 30–34. doi: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2012.09.001>
23. Sulistiyono, E., Handayani, M., Prasetyo, A. B., Irawan, Y., Febriana, E., Sembiring, S. N., Yustanti, E. (2020). Identification of Quartz Sand From the Hills of Gunung Walat at Sukabumi Regency for Raw Materials of Nano Silica Precipitate. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 858, 012048. doi: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/858/1/012048>
24. Zhao, H. L., Wang, D. X., Cai, Y. X., Zhang, F. C. (2007). Removal of iron from silica sand by surface cleaning using power ultrasound. *Minerals Engineering*, 20 (8), 816–818. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.10.005>
25. Kazemi, A., Faghihi-Sani, M. A., Alizadeh, H. R. (2013). Investigation on cristobalite crystallization in silica-based ceramic cores for investment casting. *Journal of the European Ceramic Soci-*

ety, 33 (15-16), 3397–3402. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.025>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.227230

ANALYSIS OF THE EFFECT OF IONIC CONDUCTIVITY OF ELECTROLYTE MATERIALS ON THE SOLID OXIDE FUEL CELL PERFORMANCE (p. 41–52)

Mega Nur Sasongko

Brawijaya University, Malang, Indonesia

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0275-6947>

Fahrizal Perdana

Brawijaya University, Malang, Indonesia

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9937-5133>

Widya Wijayanti

Brawijaya University, Malang, Indonesia

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4215-5943>

SOFC solid electrolytes are known for their ionic conductivity characteristics, which increase with increasing SOFC operating temperature. Using COMSOL Multiphysics numerical simulation, analysis of SOFC power performance with yttria-stabilized zirconia (YSZ) and lithium sodium carbonate – gadolinium-doped ceria ($(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$) electrolytes was conducted to determine the potential of these electrolytes in their application in SOFC. The ionic conductivity of YSZ was differentiated based on the mole value of the yttria content, namely 8, 8.95, 10 and 11.54 mol. Meanwhile, GDC varied based on the $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3$ content such as 7.8, 10, 16.8 and 30 %. With the numerical model, the calculation error is an average of 7.32 % and 6.89 % for the experimental power and voltage values. In SOFC with the YSZ electrolyte, it was found that the power output can increase 26.4–35 times with an increase in operating temperature from 500 °C to 750 °C. SOFC with 8YSZ can produce the highest power compared to other YSZ, which is 123 A/m² at a current of 198 A/m² with an operating temperature of 500 °C and 3,440 A/m² at a current of 5,549 A/m² with an operating temperature of 750 °C. Whereas in SOFC with the GDC electrolyte, it was found that the power output can increase 18.6–22.6 times with an increase in operating temperature from 500 °C to 750 °C. SOFC with 30 % $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$ produced the highest power compared to other GDC, which is 231 A/m² at a current of 444 A/m² with an operating temperature of 500 °C and 5,240 A/m² at a current of 10,077 A/m² with an operating temperature of 750 °C. YSZ also showed the potential for an increase in power output as the SOFC temperature increases above 750 °C, while the 30 % variation $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$ shows a limited increase in ionic conductivity at 750 °C.

Keywords: SOFC, ionic conductivity, electrolyte, power performance, COMSOL Multiphysics, YSZ, GDC.

References

- Mahato, N., Banerjee, A., Gupta, A., Omar, S., Balani, K. (2015). Progress in material selection for solid oxide fuel cell technology: A review. *Progress in Materials Science*, 72, 141–337. doi: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.001>
- Stambouli, A. B., Traversa, E. (2002). Solid oxide fuel cells (SOFCs): a review of an environmentally clean and efficient source of energy. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 6 (5), 433–455. doi: [https://doi.org/10.1016/s1364-0321\(02\)00014-x](https://doi.org/10.1016/s1364-0321(02)00014-x)
- Xu, H., Chen, B., Tan, P., Xuan, J., Maroto-Valer, M. M., Farrus-seng, D. et. al. (2019). Modeling of all-porous solid oxide fuel cells with a focus on the electrolyte porosity design. *Applied Energy*, 235, 602–611. doi: <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2018.10.069>
- Lyu, Y., Xie, J., Wang, D., Wang, J. (2020). Review of cell performance in solid oxide fuel cells. *Journal of Materials Science*, 55 (17), 7184–7207. doi: <https://doi.org/10.1007/s10853-020-04497-7>
- Hussain, S., Yangping, L. (2020). Review of solid oxide fuel cell materials: cathode, anode, and electrolyte. *Energy Transitions*, 4 (2), 113–126. doi: <https://doi.org/10.1007/s41825-020-00029-8>
- Mahato, N., Gupta, A., Balani, K. (2012). Doped zirconia and ceria-based electrolytes for solid oxide fuel cells: a review. *Nanomaterials and Energy*, 1 (1), 27–45. doi: <https://doi.org/10.1680/nme.11.00004>
- Goswami, N., Kant, R. (2019). Theory for impedance response of grain and grain boundary in solid state electrolyte. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 835, 227–238. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2019.01.035>
- Brodnikovska, I., Korsunska, N., Khomenkova, L., Polishchuk, Y., Lavoryk, S., Brychevskiy, M. et. al. (2019). Grains, grain boundaries and total ionic conductivity of 10Sc1CeSZ and 8YSZ solid electrolytes affected by crystalline structure and dopant content. *Materials Today: Proceedings*, 6, 79–85. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.078>
- Ren, Y., Chen, K., Chen, R., Liu, T., Zhang, Y., Nan, C.-W. (2015). Oxide Electrolytes for Lithium Batteries. *Journal of the American Ceramic Society*, 98 (12), 3603–3623. doi: <https://doi.org/10.1111/jace.13844>
- Dokmaingam, P., Areesinpitak, S., Laosiripojana, N. (2017). Transient Modeling of Tubular-Designed IIR-SOFC Fueled by Methane, Methanol, and Ethanol. *Engineering Journal*, 21 (3), 235–249. doi: <https://doi.org/10.4186/ej.2017.21.3.235>
- Basu, S. (Ed.) (2007). *Recent trends in fuel cell science and technology*. Springer, 375. doi: <https://doi.org/10.1007/978-0-387-68815-2>
- Ge, L., Jiao, J., Zhu, Z., Zhang, Q., Zheng, Y., Chen, H., Guo, L. (2019). A facile method to fabricate proton-conducting BaZr_{0.85}Y_{0.15}O_{3-δ} electrolyte with a large grain size and high conductivity. *Ceramics International*, 45 (18), 24946–24952. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.08.202>
- Ahamer, C., Opitz, A. K., Rupp, G. M., Fleig, J. (2017). Revisiting the Temperature Dependent Ionic Conductivity of Yttria Stabilized Zirconia (YSZ). *Journal of The Electrochemical Society*, 164 (7), F790–F803. doi: <https://doi.org/10.1149/2.0641707jes>
- Khan, I., Tiwari, P. K., Basu, S. (2019). Development of melt infiltrated gadolinium doped ceria-carbonate composite electrolytes for intermediate temperature solid oxide fuel cells. *Electrochimica Acta*, 294, 1–10. doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.10.030>
- Lee, S., Kim, H., Yoon, K. J., Son, J.-W., Lee, J.-H., Kim, B.-K. et. al. (2016). The effect of fuel utilization on heat and mass transfer within solid oxide fuel cells examined by three-dimensional numerical simulations. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 97, 77–93. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.02.001>
- Kaya, M. F., Demir, N., Genç, G., Yapici, H. (2014). Numerically Modeling of Anode Supported Tubular SOFC. *Journal of Applied Mechanical Engineering*, 3 (1). doi: <https://doi.org/10.4172/2168-9873.1000137>
- Nam, J. H., Jeon, D. H. (2006). A comprehensive micro-scale model for transport and reaction in intermediate temperature solid oxide fuel cells. *Electrochimica Acta*, 51 (17), 3446–3460. doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.09.041>

18. Chinda, P., Chanchaona, S., Brault, P., Wechsato, W. (2011). Mathematical Modeling of a Solid Oxide Fuel Cell with Nearly Spherical-Shaped Electrode Particles. HAL. Available at: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00581564/document>
19. Current Density Distribution in a Solid Oxide Fuel Cell. Available at: <https://www.comsol.com/model/current-density-distribution-in-a-solid-oxide-fuel-cell-514>
20. Timurkutluk, B., Celik, S., Timurkutluk, C., Mat, M. D., Kaplan, Y. (2012). Novel electrolytes for solid oxide fuel cells with improved mechanical properties. *International Journal of Hydrogen Energy*, 37 (18), 13499–13509. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2012.06.103>
21. Ilbas, M., Kumuk, B. (2019). Numerical modelling of a cathode-supported solid oxide fuel cell (SOFC) in comparison with an electrolyte-supported model. *Journal of the Energy Institute*, 92 (3), 682–692. doi: <https://doi.org/10.1016/j.joei.2018.03.004>
22. Saccà, A., Gatto, I., Carbone, A., Pedicini, R., Maisano, S., Stassi, A., Passalacqua, E. (2019). Influence of doping level in Ytria-Stabilised-Zirconia (YSZ) based-fillers as degradation inhibitors for proton exchange membranes fuel cells (PEMFCs) in drastic conditions. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44 (59), 31445–31457. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.10.026>
23. Chockalingam, R., Basu, S. (2011). Impedance spectroscopy studies of Gd-CeO₂-(LiNa)CO₃ nano composite electrolytes for low temperature SOFC applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, 36 (22), 14977–14983. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.03.165>
24. Venkataramana, K., Madhuri, C., Suresh Reddy, Y., Bhikshamaiah, G., Vishnuvardhan Reddy, C. (2017). Structural, electrical and thermal expansion studies of tri-doped ceria electrolyte materials for IT-SOFCs. *Journal of Alloys and Compounds*, 719, 97–107. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.05.022>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233510

DEFINITION OF THE INFLUENCE OF PULSED DEPOSITION MODES ON THE ELECTROCHROMIC PROPERTIES OF Ni(OH)₂-POLYVINYL ALCOHOL FILMS (p. 53–58)

Valerii Kotok

Ukrainian State University of Chemical Technology,
Dnipro, Ukraine
Vyatka State University, Kirov, Russian Federation
ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-8879-7189>

Vadym Kovalenko

Ukrainian State University of Chemical Technology,
Dnipro, Ukraine
Vyatka State University, Kirov, Russian Federation
ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-8012-6732>

In this work, the influence of some types of the pulsed deposition mode of electrochromic films from aqueous solutions of nickel nitrate with the addition of polyvinyl alcohol was investigated. Glass coated with a fluorine-doped tin oxide film was used as the basis for deposition. The deposition of nickel (II) hydroxide – polyvinyl alcohol electrochromic films was carried out in three pulsed modes: $-0.2 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ s}$ (10 minutes); $-0.5 \text{ mA/cm}^2 \times 2 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 8 \text{ s}$ (10 minutes); $-1 \text{ mA/cm}^2 \times 1 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 9 \text{ s}$. In this case, the amount of electricity used for the formation of thin-film electrodes was the same for all samples.

The resulting films showed dramatic differences in electrochemical, optical, and quality characteristics. The sample obtained in the mode of the highest cathode current density and the duration of the no-current condition ($1 \text{ mA/cm}^2 \times 1 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 9 \text{ s}$) had the worst specific capacity and optical characteristics. This sample was characterized by the highest number of coating defects and color non-uniformity as well.

The sample, which was obtained at average current densities ($-0.5 \text{ mA/cm}^2 \times 2 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 8 \text{ s}$), had the highest specific characteristics among the electrodes in the series. The coating was uniform and solid. Also, this sample had the greatest stability of the coloration depth value, which varied from 79.1 to 78.1 % (first to fifth cycles).

The sample obtained in the mode $-0.2 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ s}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ s}$ showed moderate specific indicators, however, there were some coating defects.

According to the results obtained, a mechanism was proposed that explained the differences in the characteristics of thin-film electrodes formed in different modes. This mechanism consists of changing the time of non-stationary processes and the distribution of the current density with a change in the value of the deposition current density, the duration of the cathode period, and the no-current condition.

Keywords: pulsed mode, electrodeposition, electrochromism, composite coating, nickel hydroxide, polyvinyl alcohol.

References

1. Wang, L., Young, K.-H., Shen, H.-T. (2016). New Type of Alkaline Rechargeable Battery–Ni-Ni Battery. *Batteries*, 2 (2), 16. doi: <https://doi.org/10.3390/batteries2020016>
2. Yao, J., Li, Y., Li, Y., Zhu, Y., Wang, H. (2013). Enhanced cycling performance of Al-substituted α -nickel hydroxide by coating with β -nickel hydroxide. *Journal of Power Sources*, 224, 236–240. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.10.008>
3. Ndambakuwa, W., Ndambakuwa, Y., Choi, J., Fernando, G., Neupane, D., Mishra, S. R. et. al. (2021). Nanostructured nickel-cobalt oxide and sulfide for applications in supercapacitors and green energy production using waste water. *Surface and Coatings Technology*, 410, 126933. doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126933>
4. Lo, H.-J., Huang, M.-C., Lai, Y.-H., Chen, H.-Y. (2021). Towards bi-functional all-solid-state supercapacitor based on nickel hydroxide-reduced graphene oxide composite electrodes. *Materials Chemistry and Physics*, 262, 124306. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124306>
5. Annadurai, K., Sudha, V., Murugadoss, G., Thangamuthu, R. (2021). Electrochemical sensor based on hydrothermally prepared nickel oxide for the determination of 4-acetaminophen in paracetamol tablets and human blood serum samples. *Journal of Alloys and Compounds*, 852, 156911. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156911>
6. Winiarski, J. P., Rampanelli, R., Bassani, J. C., Mezalira, D. Z., Jost, C. L. (2020). Multi-walled carbon nanotubes/nickel hydroxide composite applied as electrochemical sensor for folic acid (vitamin B9) in food samples. *Journal of Food Composition and Analysis*, 92, 103511. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2020.103511>
7. Hotovy, I., Rehacek, V., Kemeny, M., Ondrejka, P., Kostic, I., Mikolasek, M., Spiess, L. (2021). Preparation and gas-sensing properties of very thin sputtered NiO films. *Journal of Electrical Engineering*, 72 (1), 61–65. doi: <https://doi.org/10.2478/jee-2021-0009>

8. Rossini, P. de O., Laza, A., Azeredo, N. F. B., Gonçalves, J. M., Felix, F. S., Araki, K., Angnes, L. (2020). Ni-based double hydroxides as electrocatalysts in chemical sensors: A review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 126, 115859. doi: <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.115859>
9. Paulose, R., Mohan, R., Parihar, V. (2017). Nanostructured nickel oxide and its electrochemical behavior – A brief review. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 11, 102–111. doi: <https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2017.07.003>
10. Kotok, V. A., Kovalenko, V. L., Kovalenko, P. V., Solovov, V. A., Deabate, S., Mehdi, A. et. al. (2017). Advanced electrochromic Ni(OH)₂/PVA films formed by electrochemical template synthesis. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 12 (13), 3962–3977.
11. Smart Windows: Energy Efficiency with a View. Available at: <https://www.nrel.gov/news/features/2010/1555.html>
12. Al Dakheel, J., Tabet Aoul, K. (2017). Building Applications, Opportunities and Challenges of Active Shading Systems: A State-of-the-Art Review. *Energies*, 10 (10), 1672. doi: <https://doi.org/10.3390/en10101672>
13. Cheng, W., Moreno-Gonzalez, M., Hu, K., Krzyszkowski, C., Dvorak, D. J., Weekes, D. M. et. al. (2018). Solution-Deposited Solid-State Electrochromic Windows. *iScience*, 10, 80–86. doi: <https://doi.org/10.1016/j.isci.2018.11.014>
14. Kotok, V. A., Malyshev, V. V., Solovov, V. A., Kovalenko, V. L. (2017). Soft Electrochemical Etching of FTO-Coated Glass for Use in Ni(OH)₂-Based Electrochromic Devices. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 6 (12), P772–P777. doi: <https://doi.org/10.1149/2.0071712jss>
15. Kotok, V., Kovalenko, V. (2021). A study of the possibility of conducting selective laser processing of thin composite electrochromic Ni(OH)₂-PVA films. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 1 (12 (109)), 6–15. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2021.225355>
16. Kotok, V. A., Kovalenko, V. L. (2019). Non-Metallic Films Electroplating on the Low-Conductivity Substrates: The Conscious Selection of Conditions Using Ni(OH)₂ Deposition as an Example. *Journal of The Electrochemical Society*, 166 (10), D395–D408. doi: <https://doi.org/10.1149/2.0561910jes>
17. Kotok, V., Kovalenko, V. (2018). A study of the effect of cycling modes on the electrochromic properties of Ni(OH)₂ films. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 6 (5 (96)), 62–69. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2018.150577>
18. Gopi, D., Indira, J., Kavitha, L. (2012). A comparative study on the direct and pulsed current electrodeposition of hydroxyapatite coatings on surgical grade stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 206 (11-12), 2859–2869. doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.12.011>
19. Baskaran, I., Sankara Narayanan, T. S. N., Stephen, A. (2006). Pulsed electrodeposition of nanocrystalline Cu–Ni alloy films and evaluation of their characteristic properties. *Materials Letters*, 60 (16), 1990–1995. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.12.065>
20. Vuong, D.-T., Hoang, H.-M., Tran, N.-H., Kim, H.-C. (2020). Pulsed Electrodeposition for Copper Nanowires. *Crystals*, 10 (3), 218. doi: <https://doi.org/10.3390/cryst10030218>
21. Böhm, L., Näther, J., Underberg, M., Kazamer, N., Holtkotte, L., Rost, U. et. al. (2021). Pulsed electrodeposition of iridium catalyst nanoparticles on titanium suboxide supports for application in PEM electrolysis. *Materials Today: Proceedings*, 45, 4254–4259. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.507>
22. Becker, M. D., Garaventa, G. N., Visintin, A. (2013). Pulse-Current Electrodeposition for Loading Active Material on Nickel Electrodes for Rechargeable Batteries. *ISRN Electrochemistry*, 2013, 1–7. doi: <https://doi.org/10.1155/2013/732815>
23. Zhang, W., Chen, X., Wang, X., Zhu, S., Wang, S., Wang, Q. (2021). Pulsed electrodeposition of nanostructured polythiothene film for high-performance electrochromic devices. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 219, 110775. doi: <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2020.110775>
24. Kotok, V., Kovalenko, V. (2018). Investigation of the properties of Ni(OH)₂ electrochrome films obtained in the presence of different types of polyvinyl alcohol. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (6 (94)), 42–47. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2018.140560>
25. Kotok, V., Kovalenko, V. (2017). The electrochemical cathodic template synthesis of nickel hydroxide thin films for electrochromic devices: role of temperature. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 2 (11 (86)), 28–34. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2017.97371>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.232822

COMPARING THE EFFECT OF NANOCCLAYS ON THE WATER-RESISTANCE OF INTUMESCENT FIRE-RETARDANT COATINGS (p. 59–70)

Liubov Vakhitova

L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic Chemistry and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4727-9961>

Kostyantyn Kalafat

Kyiv National University of Technologies and Design, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6165-0005>

Viktorii Plavan

Kyiv National University of Technologies and Design, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9559-8962>

Volodymyr Bessarabov

Kyiv National University of Technologies and Design, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0637-1729>

Nadezhda Taran

L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic Chemistry and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1043-5596>

Glib Zagoriy

Kyiv National University of Technologies and Design, Kyiv, Ukraine

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9362-3121>

This paper reports a study into the effect of nanoclays on the water-resistance of the intumescent system ammonium polyphosphate/melamine/pentaerythritol/titanium dioxide/polymer (ethylene vinyl acetate (EVA) or styrene acrylate (SA)).

It has been established that adding nanoclay to a coating based on ethylene vinyl acetate increases the fire resistance limit of a metal plate by 30 %, and to a coating based on styrene acrylate – by 50 %. At the same time, coatings that include the EVA polymer are characterized by greater fire-retardant efficiency and less water resistance than coatings containing the SA polymer.

It has been shown that intumescent coatings, regardless of the nature of the polymer, under the conditions of 80 % humidity over 800 days their reduce fire-protective properties by an average of 10 %. The loss of coating fire resistance occurs due to the leaching of pentaerythritol, ammonium polyphosphate, and polymer degradation by hydrolysis. The admixtures of nanoclays with a high degree of exfoliation to the studied system create a barrier effect and maximize the chemical formulation of the intumescent coating. The fireproof properties of coatings with organically-modified montmorillonite admixtures are maintained or reduced to 5 % under the conditions of 80 % humidity over 800 days.

It has been determined that the direct effect of water on the coating over a period of more than 2 days leads to a significant decrease in the swelling coefficient of intumescent coatings, regardless of the content of a nanoclay admixture in their composition. At the same time, the half-decay period of coatings without nanoclay, calculated on the basis of solubility constant in water, is 0.5 days. For coatings, which include the admixtures of organically-modified nanoclays, the half-decay period increases to 2 days.

The results reported in this paper could be recommended for designing water-proof fire-resistant reactive-type nano-coatings with prolonged service life.

Keywords: fire protection of steel, organically-modified montmorillonite, intumescent coatings, ethylene vinyl acetate, styrene acrylate, fire resistance limit.

References

- Yasir, M., Ahmad, F., Yusoff, P. S. M. M., Ullah, S., Jimenez, M. (2019). Latest trends for structural steel protection by using intumescent fire protective coatings: a review. *Surface Engineering*, 36 (4), 334–363. doi: <https://doi.org/10.1080/02670844.2019.1636536>
- Puri, R. G., Khanna, A. S. (2016). Intumescent coatings: A review on recent progress. *Journal of Coatings Technology and Research*, 14 (1), 1–20. doi: <https://doi.org/10.1007/s11998-016-9815-3>
- Jimenez, M., Bellayer, S., Naik, A., Bachelet, P., Duquesne, S., Bourbigot, S. (2016). Topcoats versus Durability of an Intumescent Coating. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 55 (36), 9625–9632. doi: <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.6b02484>
- Ji, W., Hua, S. W., Miao, Z., Zhen, C. (2014). Study and Prediction for the Fire Resistance of Acid Corroded Intumescent Coating. *Procedia Engineering*, 84, 524–534. doi: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.10.464>
- Mačiulaitis, R., Grigonis, M., Malaiškienė, J., Lipinskas, D. (2018). Peculiarities of destruction mechanism of polymeric intumescent fire protective coatings. *Journal of Civil Engineering and Management*, 24 (2), 93–105. doi: <https://doi.org/10.3846/jcem.2018.447>
- Bilotta, A., de Silva, D., Nigro, E. (2016). Tests on intumescent paints for fire protection of existing steel structures. *Construction and Building Materials*, 121, 410–422. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.144>
- Aziz, H., Ahmad, F. (2016). Effects from nano-titanium oxide on the thermal resistance of an intumescent fire retardant coating for structural applications. *Progress in Organic Coatings*, 101, 431–439. doi: <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2016.09.017>
- Chuang, C.-S., Sheen, H.-J. (2019). Effects of added nanoclay for styrene-acrylic resin on intumescent fire retardancy and CO/CO₂ emission. *Journal of Coatings Technology and Research*, 17 (1), 115–125. doi: <https://doi.org/10.1007/s11998-019-00246-x>
- Zulkurnain, E. S., Ahmad, F., Gillani, Q. F. (2016). Effects of nano-sized boron nitride (BN) reinforcement in expandable graphite based intumescent fire retardant coating. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 146, 012037. doi: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/146/1/012037>
- Nour El-Dein, A., El-Saeed, M. A., Abo-Elenien, O. M. (2017). Fire-Resistivity Personification Of Waterborne Intumescent Flame-Retardant Nano-Coatings For Steel Structures: Application. *IJERA*, 7 (8), 1–12. Available at: <https://journals.indexcopernicus.com/api/file/viewById/383128.pdf>
- Anees, S. M., Dasari, A. (2018). A review on the environmental durability of intumescent coatings for steels. *Journal of Materials Science*, 53 (1), 124–145. doi: <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1500-0>
- Wang, J., Zhao, M. (2020). Study on the effects of aging by accelerated weathering on the intumescent fire retardant coating for steel elements. *Engineering Failure Analysis*, 118, 104920. doi: <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104920>
- Wang, L. L., Wang, Y. C., Li, G. Q., Zhang, Q. Q. (2020). An experimental study of the effects of topcoat on aging and fire protection properties of intumescent coatings for steel elements. *Fire Safety Journal*, 111, 102931. doi: <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2019.102931>
- Vakhitova, L. N. (2019). Fire retardant nanocoating for wood protection. *Nanotechnology in Eco-Efficient Construction*, 361–391. doi: <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102641-0.00016-5>
- Gaur, S., Khanna, A. S. (2015). Functional Coatings by Incorporating Nanoparticles. *Nano Res. Appl.*, 1 (1), 1–9. Available at: <https://nanotechnology.imedpub.com/functional-coatings-by-incorporating-nanoparticles.php?aid=7651>
- Fallah, F., Khorasani, M., Ebrahimi, M. (2017). Improving the mechanical properties of waterborne nitrocellulose coating using nano-silica particles. *Progress in Organic Coatings*, 109, 110–116. doi: <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2017.04.016>
- Zybina, O., Gravit, M., Stein, Y. (2017). Influence of carbon additives on operational properties of the intumescent coatings for the fire protection of building constructions. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 90, 012227. doi: <https://doi.org/10.1088/1755-1315/90/1/012227>
- Xu, Z., Zhou, H., Yan, L., Jia, H. (2019). Comparative study of the fire protection performance and thermal stability of intumescent fire-retardant coatings filled with three types of clay nano-fillers. *Fire and Materials*, 44 (1), 112–120. doi: <https://doi.org/10.1002/fam.2780>
- Wang, Z., Han, E., Ke, W. (2006). Fire-resistant effect of nanoclay on intumescent nanocomposite coatings. *Journal of Applied Polymer Science*, 103 (3), 1681–1689. doi: <https://doi.org/10.1002/app.25096>
- EAD 350402-00-1106. Reactive coatings for fire protection of steel elements (2017). EOTA, 32. Available at: <https://www.kiwa.com/nl/nl/service/brandwerende-producten-etag-018-ead/ead-350402-00-1106-reactive-coatings-for-fire-protection-of-steel-elements2.pdf/>
- Kwang Yin, J. J., Yew, M. C., Yew, M. K., Saw, L. H. (2019). Preparation of Intumescent Fire Protective Coating for Fire Rated Timber

Door. *Coatings*, 9 (11), 738. doi: <https://doi.org/10.3390/coatings9110738>

22. Pimenta, J. T., Gonçalves, C., Hiliou, L., Coelho, J. F. J., Magalhães, F. D. (2015). Effect of binder on performance of intumescent coatings. *Journal of Coatings Technology and Research*, 13 (2), 227–238. doi: <https://doi.org/10.1007/s11998-015-9737-5>
23. Vakhitova, L., Bessarabov, V., Taran, N., Redko, A., Anishchenko, V., Zagoriy, G., Popov, A. (2019). Definition of the thermal and fire-protective properties of ethylene-vinyl acetate copolymer nanocomposites. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 1 (6 (97)), 13–20. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.154676>
24. Vakhitova, L., Taran, N., Kalafat, K., Pridatko, S., Prudchenko, A. (2019). Influence of styrolacrylate nanocomposites on fire protective efficiency of intumescent type reactive coating. *Journal of Donetsk Mining Institute*, 1 (44), 87–99. doi: <https://doi.org/10.31474/1999-981x-2019-1-87-99>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233182

STRUCTURAL AND MICROSCOPY

CHARACTERIZATION OF AN ALTERNATIVE LOW-ENERGY BINDER CONTAINING $\text{Ca}(\text{OH})_2$ AS AN ALKALINE ACTIVATOR (p. 71–79)

Aditianto Ramelan

Bandung Institute of Technology, Bandung, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0226-3341>

Adhi Setyo Nugroho

Bandung Institute of Technology, Bandung, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5891-7714>

Teti Indriati

Bandung Institute of Technology, Bandung, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3899-2039>

Riska Rachmantyo

Bandung Institute of Technology, Bandung, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8704-9004>

The development of potential alternative binders to Portland cement is still becoming a global challenge in housing and infrastructure aspects. That is because cement and concrete become the major materials needed in building constructions. The Ordinary Portland cement can form a solid and hard mass when mixed with water with a certain ratio. This is due to the formation of ettringite and calcium silicate hydrate (CSH) phases that contribute to the strength of the hydrated products about 33–53 MPa. However, the manufacturing temperature of Portland cement can reach up to 1,500 °C in producing clinker. In order to lower the energy consumption and production cost, scientists were trying to utilize pozzolanic materials.

The research of pozzolanic materials as alkali-activated cement, such as soil cement or geopolymer cement, is also still conducted. Hence, a better understanding of pozzolanic reaction and its hydration products is needed. In this work, the hydration products of low-energy binders composed of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ - SiO_2 and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -metakaolin-gypsum mixtures were studied.

The hydrated products of 41 wt. % $\text{Ca}(\text{OH})_2$ – 41 wt. % metakaolin – 18 wt. % gypsum mixtures followed by water immersion curing at 50 °C for 28 days undergone a pozzolanic reaction. XRD characterization showed that the hydrated product is mainly composed of ettringite (60.0 %) and crystalline-CSH (23.4 %). The diffracto-

grams obtained have shown a specific hump indicating the presence of amorphous phases besides the crystalline. To confirm the presence of the non-crystalline or amorphous phases of the hydrated products, a polarizing optical microscope (OM) using a crossed Nicols method was used. The characterization of the phases is the novelty of the present research. The ettringite, crystalline CSH and the amorphous phases act as a strong binder that consequently contribute to its average maximum compressive strength of 22.17 MPa.

Keywords: low-energy binder, alkaline activator, metakaolin, pozzolanic reaction, diffractogram hump, amorphous phase, polarised optical microscope.

References

1. Bye, G. C. (1999). Portland cement: composition, production and properties. Thomas Telford Ltd. doi: <https://doi.org/10.1680/ccpap.27664>
2. Taylor, H. F. W. (1997). Cement chemistry. Thomas Telford Ltd. doi: <https://doi.org/10.1680/cc.25929>
3. Flatt, R. J., Roussel, N., Cheeseman, C. R. (2012). Concrete: An eco material that needs to be improved. *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (11), 2787–2798. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.11.012>
4. Rado, P. (1988). An introduction to the technology of pottery. Institute of Ceramics by Pergamon Press, 266.
5. Shi, C., Jiménez, A. E., Palomo, A. (2011). New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 41 (7), 750–763. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.016>
6. Žemlička, M., Kuzielova, E., Kuliffayova, M., Tkacz, J., Palou, M. T. (2015). Study of hydration products in the model systems metakaolin–lime and metakaolin–lime–gypsum. *Ceramics – Silikáty*, 59 (4), 283–291. Available at: https://www.ceramics-silikaty.cz/2015/pdf/2015_04_283.pdf
7. Morsy, M. S., Alsayed, S. H., Salloum, Y. A. (2012). Development of eco-friendly binder using metakaolin-fly ash–lime-anhydrous gypsum. *Construction and Building Materials*, 35, 772–777. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.142>
8. Bhanumathidas, N., Kalidas, N. (2004). Dual role of gypsum: Set retarder and strength accelerator. *Indian Concrete Journal*, 78 (3), 170–173. Available at: https://www.researchgate.net/publication/287679112_Dual_role_of_gypsum_Set_retarder_and_strength_accelerator
9. Nežerka, V., Slížková, Z., Tesárek, P., Plachý, T., Frankeová, D., Petráňová, V. (2014). Comprehensive study on mechanical properties of lime-based pastes with additions of metakaolin and brick dust. *Cement and Concrete Research*, 64, 17–29. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.06.006>
10. Siegesmund, S., Snethlage, R. (Eds.) (2011). Stone in architecture: properties, durability. Springer, 552. doi: <https://doi.org/10.1007/978-3-642-14475-2>
11. Khatib, J. M., Baalbaki, O., ElKordi, A. A. (2018). Metakaolin. Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete, 493–511. doi: <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102156-9.00015-8>
12. Rahhal, V., Talero, R. (2014). Very early age detection of ettringite from pozzolan origin. *Construction and Building Materials*, 53, 674–679. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.082>
13. Kovalchuk, O., Gelevera, O., Ivanychko, V. (2019). Studying the influence of metakaolin on self-healing processes in the contact-zone

- structure of concretes based on the alkali-activated Portland cement. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 5 (6 (101)), 33–40. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.181501>
14. Alonso, S., Palomo, A. (2001). Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio. *Materials Letters*, 47 (1-2), 55–62. doi: [https://doi.org/10.1016/s0167-577x\(00\)00212-3](https://doi.org/10.1016/s0167-577x(00)00212-3)
 15. French, W. J. (1991). Concrete petrography: a review. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 24 (1), 17–48. doi: <https://doi.org/10.1144/gsl.qjeg.1991.024.01.03>
 16. Reedy, C. L. (2006). Review of Digital Image Analysis of Petrographic Thin Sections in Conservation Research. *Journal of the American Institute for Conservation*, 45 (2), 127–146. doi: <https://doi.org/10.1179/019713606806112531>
 17. James, T., Malachi, A., Gadzama, E. W., Anametemok, A. (2011). Effect of curing methods on the compressive strength of concrete. *Nigerian Journal of Technology*, 30 (3), 14–20. Available at: <https://www.ajol.info/index.php/njt/article/view/123538>
 18. Narmluk, M., Nawa, T. (2014). Effect of Curing Temperature on Pozzolanic Reaction of Fly Ash in Blended Cement Paste. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 5 (1), 31–35. doi: <https://doi.org/10.7763/ijcea.2014.v5.346>
 19. Jumate, E., Manea, D. L. (2011). X-ray diffraction study of hydration processes in the Portland cement. *Journal of Applied Engineering Science*, 1 (1), 79–86. Available at: <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=54c14753d2fd6445588b45b8&assetKey=AS%3A273678338592769%401442261409008>
 20. Šavija, B., Luković, M. (2016). Carbonation of cement paste: Understanding, challenges, and opportunities. *Construction and Building Materials*, 117, 285–301. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.138>
 21. Matschei, T., Lothenbach, B., Glasser, F. P. (2007). The role of calcium carbonate in cement hydration. *Cement and Concrete Research*, 37 (4), 551–558. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.10.013>
 22. Bergold, S. T., Goetz-Neunhoffer, F., Neubauer, J. (2013). Quantitative analysis of C–S–H in hydrating alite pastes by in-situ XRD. *Cement and Concrete Research*, 53, 119–126. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.06.001>
 23. Bhagath Singh, G. V. P., Subramaniam, K. V. L. (2016). Quantitative XRD Analysis of Binary Blends of Siliceous Fly Ash and Hydrated Cement. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 28 (8), 04016042. doi: [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0001554](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001554)
 24. Hunnicutt, W. A. (2013). Characterization of calcium-silicate-hydrate and calcium-alumino-silicate-hydrate. Urbana, Illinois. Available at: <https://core.ac.uk/download/pdf/16750866.pdf>
 25. Fabbri, B., Gualtieri, S., Shoal, S. (2014). The presence of calcite in archeological ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 34 (7), 1899–1911. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.01.007>
 26. Lukschová, Š., Příkryl, R., Pertold, Z. (2009). Petrographic identification of alkali–silica reactive aggregates in concrete from 20th century bridges. *Construction and Building Materials*, 23 (2), 734–741. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.02.020>
 27. Herwani, Pane, I., Imran, I., Budiono, B. (2018). Compressive Strength of Fly ash-based Geopolymer Concrete with a Variable of Sodium Hydroxide (NaOH) Solution Molarity. *MATEC Web of Conferences*, 147, 01004. doi: <https://doi.org/10.1051/mateconf/201814701004>
 28. Ivashchyshyn, H., Sanytsky, M., Kropyvnytska, T., Rusyn, B. (2019). Study of low-emission multi-component cements with a high content of supplementary cementitious materials. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (6 (100)), 39–47. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.175472>
 29. Krivenko, P., Petropavlovskiy, O., Kovalchuk, O., Lapovska, S., Pasko, A. (2018). Design of the composition of alkali activated portland cement using mineral additives of technogenic origin. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (6 (94)), 6–15. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2018.140324>
 30. Bhagath Singh, G. V. P., Subramaniam, K. V. L. (2016). Quantitative XRD study of amorphous phase in alkali activated low calcium siliceous fly ash. *Construction and Building Materials*, 124, 139–147. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.07.081>
 31. Suherman, P. M., van Riessen, A., O'Connor, B., Li, D., Bolton, D., Fairhurst, H. (2002). Determination of amorphous phase levels in Portland cement clinker. *Powder Diffraction*, 17 (3), 178–185. doi: <https://doi.org/10.1154/1.1471518>

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231071

THE USE OF MICA SCHIST FROM INDONESIA AS RAW MATERIAL FOR LITHIUM EXTRACTION PROCESS USING SULFATE ROASTING AND ACID LEACHING (p. 80–88)

Nadia Chrisayu Natasha

Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2332-2726>

Tri Arini

Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7514-3100>

Latifa Hanum Lalasari

Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0648-8655>

Lia Andriyah

Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0623-1809>

Fariza Yunita

Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8615-1392>

Fani Rinanda

Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Kota Cilegon,
Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1073-7423>

Didied Haryono

Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Kota Cilegon,
Banten, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8987-4809>

Lithium minerals become a sub-economic raw material for lithium production to fulfill the lithium demand. This study is about lithium extraction from mica schist using the roasting and leaching processes. The mica schist located in Kebumen, Indonesia was used to study the phenomena during the lithium extraction process. So-

dium sulfate was used as a roasting agent while 0.36 M sulfuric acid was used as a leaching agent. Solid/liquid ratio (1:5, 1:10, 1:15 and 1:20 (g/mL)) and leaching time (30, 60, 90 and 120 minutes) were used as variables in this study. The roasting process was done at 700 °C for 40 minutes while the leaching process was done at 70 °C and 350 rpm. The ratio of additive and mica schist was 1.5:1 (g/g). XRD, ICP-OES, and SEM were used to observe the formed compounds, chemical composition and morphology of the materials. HighScore Plus (HSP) was used to interpret the content of each compound in mica schist, roasted mica schist, and residue. ICP analysis confirmed that the mica schist contains 45.28 ppm of lithium. It is supported by XRD that lithium exists in mica schist as lepidolite ($\text{KLi}_2\text{AlSi}_4\text{O}_{10}(\text{F},\text{OH})_2$). Sulfate roasting did not affect the type of lepidolite but the lepidolite reactivity against the chemical agent. SEM analysis shows that the roasting process reduced the average particle size from 32.17 to 27.16 μm . ICP analysis of roasted mica schist shows that lithium concentration was reduced from 45.28 to 1.27 ppm. The optimum result from this study was 97.66 % extraction of lithium while solid/liquid ratio was 1.5 (g/ml) and leaching time was 30 minutes. HSP shows that lepidolite contents in initial mica schist, roasted mica schist and residue were 60.6; 24.3 and 18.7 %, respectively. Lithium concentration in the residue according to ICP analysis is 1.06 ppm.

Keywords: lithium, extraction, mica schist, lepidolite, sulfate roasting, acid leaching, mineral.

References

- Yan, Q., Li, X., Wang, Z., Wu, X., Wang, J., Guo, H. et. al. (2012). Extraction of lithium from lepidolite by sulfation roasting and water leaching. *International Journal of Mineral Processing*, 110-111, 1–5. doi: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2012.03.005>
- Liu, J., Yin, Z., Li, X., Hu, Q., Liu, W. (2019). Recovery of valuable metals from lepidolite by atmosphere leaching and kinetics on dissolution of lithium. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 29 (3), 641–649. doi: [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(19\)64974-5](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(19)64974-5)
- Su, H., Ju, J., Zhang, J., Yi, A., Lei, Z., Wang, L. et. al. (2020). Lithium recovery from lepidolite roasted with potassium compounds. *Minerals Engineering*, 145, 106087. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106087>
- Vieceli, N., Nogueira, C. A., Pereira, M. F. C., Durão, F. O., Guimarães, C., Margarido, F. (2018). Recovery of lithium carbonate by acid digestion and hydrometallurgical processing from mechanically activated lepidolite. *Hydrometallurgy*, 175, 1–10. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2017.10.022>
- Luong, V. T., Kang, D. J., An, J. W., Kim, M. J., Tran, T. (2013). Factors affecting the extraction of lithium from lepidolite. *Hydrometallurgy*, 134-135, 54–61. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2013.01.015>
- Guo, H., Kuang, G., Wan, H., Yang, Y., Yu, H., Wang, H. (2019). Enhanced acid treatment to extract lithium from lepidolite with a fluorine-based chemical method. *Hydrometallurgy*, 183, 9–19. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2018.10.020>
- Hien-Dinh, T. T., Luong, V. T., Gieré, R., Tran, T. (2015). Extraction of lithium from lepidolite via iron sulphide roasting and water leaching. *Hydrometallurgy*, 153, 154–159. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.03.002>
- Vieceli, N., Nogueira, C. A., Pereira, M. F. C., Dias, A. P. S., Durão, F. O., Guimarães, C., Margarido, F. (2017). Effects of mechanical activation on lithium extraction from a lepidolite ore concentrate. *Minerals Engineering*, 102, 1–14. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.12.001>
- Choubey, P. K., Kim, M., Srivastava, R. R., Lee, J., Lee, J.-Y. (2016). Advance review on the exploitation of the prominent energy-storage element: Lithium. Part I: From mineral and brine resources. *Minerals Engineering*, 89, 119–137. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.01.010>
- Margarido, F., Vieceli, N., Durão, F., Guimarães, C., Nogueira, C. A. (2014). Minerio-metallurgical processes for lithium recovery from pegmatitic ores. *Comunicações Geológicas*, 101, 795–798.
- Vieceli, N., Nogueira, C. A., Pereira, M. F. C., Durão, F. O., Guimarães, C., Margarido, F. (2016). Optimization of Lithium Extraction from Lepidolite by Roasting Using Sodium and Calcium Sulfates. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 38 (1), 62–72. doi: <https://doi.org/10.1080/08827508.2016.1262858>
- Kuang, G., Liu, Y., Li, H., Xing, S., Li, F., Guo, H. (2018). Extraction of lithium from β -spodumene using sodium sulfate solution. *Hydrometallurgy*, 177, 49–56. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2018.02.015>
- Lalasari, L. H., Rhamdani, A. R., Setiawan, I., Sulistiyono, E., Firdiyono, F., Arini, T. et. al. (2018). Pat. No. P00201810009. Alat pembuatan konsentrat litium berbentuk rumah prisma. No. 2019/04021; declared: 04.12.2018; published: 14.06.2019.
- Green, D. W., Perry, R. H. (2008). *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. McGraw-Hill.
- Natasha, N. C., Lalasari, L. H., Rohmah, M., Sudarsono, J. W. (2018). Ekstraksi Litium dari β – Spodumene Hasil Dekomposisi Batuan Sekismika Indonesia Menggunakan Aditif Natrium Sulfat. *Metalurgi*, 33 (2), 69. doi: <https://doi.org/10.14203/metalurgi.v33i2.429>
- Luong, V. T., Kang, D. J., An, J. W., Dao, D. A., Kim, M. J., Tran, T. (2014). Iron sulphate roasting for extraction of lithium from lepidolite. *Hydrometallurgy*, 141, 8–16. doi: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2013.09.016>
- Salakjani, N. K., Singh, P., Nikoloski, A. N. (2016). Mineralogical transformations of spodumene concentrate from Greenbushes, Western Australia. Part 1: Conventional heating. *Minerals Engineering*, 98, 71–79. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.07.018>
- Swain, B. (2017). Recovery and recycling of lithium: A review. *Separation and Purification Technology*, 172, 388–403. doi: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.08.031>
- Tadesse, B., Makuei, E., Albjanic, B., Dyer, L. (2019). The beneficiation of lithium minerals from hard rock ores: A review. *Minerals Engineering*, 131, 170–184. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11.023>

АНОТАЦІЇ

TECHNOLOGY ORGANIC AND INORGANIC SUBSTANCES

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.232684**КОРЕЛЯЦІЯ ПАРАМЕТРІВ ЕМУЛЬСІЙНОЇ ОЛІГОМЕРИЗАЦІЇ ФРАКЦІЇ C₉ ТА ХАРАКТЕРИСТИК ВУГЛЕВОДНЕВИХ СМОЛ (с. 6–11)****Р. О. Субтельний, Д. Б. Кічура, Б. О. Дзіняк**

Досліджено одержання вуглеводневих смол емульсійною олігомеризацією вуглеводнів фракції C₉ рідких побічних продуктів нафтопереробки. Такі олігомери мають широкий спектр застосування як плівкоутворювачі у лакофарбових і антикорозійних покриттях.

Емульсійну олігомеризацію здійснювали з використанням емульгаторів першого та другого роду. Дослідження проводили при різних значеннях температури реакції тривалості реакції, інтенсивності перемішування; концентраціях емульгатора; співвідношення фракції C₉:вода. Отримані продукти оцінювали за такими показниками: вихід, ступінь ненасиченості, температура розм'якшення, середня молекулярна маса, колір.

Здійснено статистичний аналіз, встановлено кореляцію параметрів емульсійної олігомеризації та виходу і характеристик олігомерів. Завдяки цьому стане можливим встановлювати оптимальні умови емульсійної олігомеризації та прогнозувати властивості одержаних продуктів.

Зокрема встановлено, що вихід вуглеводневих смол не корелює з температурою реакції (0,15 і 0,30) та концентрацією емульгаторів (0,08 і 0,03). Доведено, що у досліджуваних інтервалах змінних вихід олігомерів залежить від тривалості реакції (кореляція 0,88 і 0,81). У випадку олігомеризації у зворотній емульсії значну кореляцію із виходом мають також інтенсивність перемішування (0,51) та співвідношення фракція C₉:вода (0,51). Це дозволило розробити рівняння множинної лінійної регресії виходу від найбільш значущих параметрів процесу. Високі значення кореляції виходу та бромного числа (–0,94 і –0,93) дозволяють стверджувати про перебіг реакції олігомеризації. Підтверджено взаємозв'язок характеристик олігомерів. Це свідчить про можливість спрямованого регулювання окремих характеристик вуглеводневих смол.

Ключові слова: рідкі продукти піролізу, вуглеводнева смола, нафтополімерна смола, емульсійна олігомеризація, фракція C₉.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231449**РОЗРОБКА РАЦІОНАЛЬНИХ УМОВ ОДЕРЖАННЯ КАЛІЙ ГЛІЦЕРАТУ (с. 12–18)****Natalia Sytnik, Ekaterina Kunitsia, Viktoriya Mazaeva, Anton Chernukha, Kostiantyn Ostapov, Pavlo Borodych, Valerii Mazurenko, Oleksandr Kovalov, Victoria Velma, Vitalii Kolokolov**

Досліджено залежність ефективності одержання калій гліцерату з використанням гліцерину та розчину калій гідроксиду від умов проведення процесу. Як параметр ефективності процесу одержання калій гліцерату застосовано концентрацію калій гліцерату в кінцевому продукті.

Гліцерати металів використовують у виробництві продукції будівельної галузі, електроніки, медицини, як каталізатори переестерифікування для одержання спеціальних жирів різного призначення, а також біодизельного палива.

З метою одержання калій гліцерату застосовано нагрівання з одночасним перемішуванням суміші гліцерину та калій гідроксиду.

Виконано аналіз калій гідроксиду, в якому масова частка основної речовини склала 85,5 %, масова частка калій карбонату – 0,9 %. В роботі застосовано гліцерин кваліфікації ч. д. а. з масовою часткою основної речовини 99,5 %.

Визначено вплив температури нагрівання реакційної суміші на концентрацію калій гліцерату в продукті. Показано, що раціональною температурою нагрівання є 145 °С.

Встановлено залежність концентрації калій гліцерату в кінцевому продукті від наступних умов проведення процесу: зміни мольної концентрації гліцерину та тривалості нагрівання реакційної суміші.

Визначено раціональні умови одержання калій гліцерату: мольна концентрація гліцерину 60 %, тривалість нагрівання 4 год. Експериментально встановлена концентрація калій гліцерату в продукті за цих умов склала 75,77 %.

В калій гліцераті визначено температуру плавлення (69 °С) та масову частку води (0,8 %).

Результати експериментальних досліджень дозволяють одержувати калій гліцерат безпосередньо на підприємствах, де використовують гліцерати металів, з доступної сировини, за раціональних умов. Визначені умови одержання калій гліцерату дозволяють ефективно використовувати матеріальні та енергетичні ресурси.

Ключові слова: калій гліцерат, калій гідроксид, гліцерин, реакційна суміш, вміст основної речовини.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233511**ЗАКОНОМІРНОСТІ ГІДРАТОУТВОРЕНЬ У НАФТОВИХ СВЕРДЛОВИНАХ (с. 19–24)****А. В. Ляшенко, В. Д. Макаренко, Ю. Л. Винников, О. В. Петраш**

В роботі розглядається процес формування гідратопарафінових відкладів у нафтових свердловинах. Завдяки проведеним дослідженням на спеціально створеному авторському лабораторному обладнанні – експериментальній установці, що містить технологічний блок та інформаційно-вимірювальну систему, – було визначено найбільш сприятливі термобаричні умови гідратування в широкому діапазоні зміни тиску (0,1–120 МПа) і температури (від –20 до +80 °С). Отримані результати експериментів дали можливість визначити умови, необхідні для гідратних відкладів і оксидів заліза (Fe) в інтервалі температур від –15 до +60 °С і тисків від 0 до 60 МПа. Ці результати підтверджуються термодинамічними розрахунками фазових рівноваг «нафта – газ – гідрат» у затрубному просторі свердловини. Обробку даних проведено з використанням методів кореляційного, дисперсійного та регресійного аналізу, що дозволило порівняти процеси утворення гідратування та оксидів заліза (Fe) у навколотрубному просторі нафтових свердловин. Результати дослідження можуть бути використані для попередження та усунення парафіногідратних пробок у внутрішньосвердловинному обладнанні нафтових свердловин. А також при встановленні технологічного режиму роботи свердловини для довготривалої експлуатації підземного обладнання без ускладнень, аварій та зупинок на ремонтні роботи, що зменшує непродуктивні витрати часу.

Ключові слова: гідратопарафіноутворення, оксиди заліза, насосно-компресорна труба, обсадна колона, свердловина.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231479**ПРОЕКТУВАННЯ РІДИННИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ ДЛЯ ЕКРАНУВАННЯ ЕЛЕКТРОМАГНІТНИХ ПОЛІВ (с. 25–31)****В. А. Глива, В. С. Бахарев, Н. В. Касаткіна, О. Г. Левченко, Л. О. Левченко, Н. Б. Бурдейна, С. Г. Гузій, О. В. Панова, О. М. Тихенко, Я. І. Бірук**

Розроблено засади проектування та досліджено захисні властивості рідинних матеріалів для екранування електричних, магнітних та електромагнітних полів широкого частотного діапазону. Матеріали виготовлялися на основі концентрату залізної руди та пігментної добавки, у якості матриці були використані водно-дисперсна та геополімерна фарби. Випробування захисних властивостей для електричних та магнітних складових електромагнітного поля промислової частоти показали, що коефіцієнти екранування електричного поля за концентрації екрануючої речовини 15–60 % (за вагою) – 1,1–8,6; магнітного поля – 1,2–5,3. Коефіцієнти екранування матеріалу на основі водно-дисперсної фарби нижчі за геополімерну, що можна пояснити окисленням залізовмісної компоненти і зниження електричної провідності. Коефіцієнти екранування електромагнітного поля частотою 2,45 ГГц складають 1,2–7,9. Найбільші коефіцієнти притаманні матеріалу з наповнювачем із залізородного концентрату та титановмісного пігментного порошку в пропорції 1:1.

Для проектування матеріалів з необхідними (прогнозованими) захисними властивостями було розраховано відносні магнітну, діелектричну проникності матеріалів. Показано, що отримані дані прийнятно збігаються з результатами прямих вимірювань магнітної та діелектричної проникностей і можуть бути використані для розрахунку хвильового опору матеріалу та прогнозованого коефіцієнта відбиття електромагнітних хвиль. Таким чином, є підстави стверджувати про необхідність формування бази даних щодо частотної залежності ефективних магнітної та діелектричної проникностей для автоматизації процесів проектування композиційних матеріалів із заданими захисними властивостями.

Ключові слова: електромагнітне поле, коефіцієнт екранування, магнітна проникність, діелектрична проникність, композиційні матеріали.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.226267**ЗДІЙСНЕННЯ СІРЧАНОКИСЛОТНОГО ВИЛУГОВУВАННЯ ДЛЯ ВИДАЛЕННЯ АЛЮМІНІЮ І ЗАЛІЗА З МЕТОЮ ПОЛІПШЕННЯ НИЗЬКОСОРТНОГО КРЕМНЕЗЕМУ З КВАРЦОВОГО ПІСКУ, ЩО ВИДОБУВАЄТЬСЯ В МІСТІ СУКАБУМІ, ІНДОНЕЗІЯ (с. 32–40)****Eko Sulistiyono, Murni Handayani, Agus Budi Prasetyo, Januar Irawan, Eni Febriana, Florentinus Firdiyono, Erlina Yustanti, Safetyana Nazaretha Sembiring, Firdaus Nugroho, Ersan Y Muslih**

Індонезія володіє багатими запасами кремнезему, проте прогресивні дослідження родовищ цього матеріалу досить нечисленні, що призводить до обмеженого застосування кремнезему. Дана робота присвячена очищенню кремнезему з кварцового піску, що видобувається в місті Сукабумі, Індонезія, для отримання кремнезему високого ступеня чистоти, який може бути використаний в якості важливої спеціалізованої сировини. Метою даного дослідження є поліпшення низькосортного кремнезему з кварцового піску шляхом видалення домішок, особливо алюмінію і заліза, за допомогою сірчанокислотного вилугування. Для досягнення поставленої мети було досліджено вплив часу реакції і концентрації сірчаної кислоти на процес вилугування. Відзначена ефективність сірчаної

кислоти для видалення домішок. Хімічний склад зразків до і після вилугування вивчали за допомогою рентгенофлуоресцентного аналізу. Мінералогічний аналіз вихідних матеріалів і продуктів проводили з використанням дифракції рентгенівських променів. Аналіз мікроструктури проводився за допомогою скануючого електронного мікроскопа, а для відображення елементного складу в різних точках використовувалася енергодисперсійна рентгенівська спектроскопія. Результати експериментів показують, що оптимальні умови процесу вилугування досягаються при тривалості реакції 5 годин з концентрацією сірчаної кислоти 10 Н. Рівень кремнезему збільшується з 93,702 % до 96,438 %. Домішки алюмінію і заліза знизилися з 4,691 % до 2,712 % і з 0,641 % до 0,094 % відповідно. У цій оптимальній точці сірчана кислота дуже ефективна для видалення домішок алюмінію і заліза до 42 % і 85 % відповідно. Результати даного дослідження можуть дати досить значну можливість для збільшення доданої вартості кварцового піску, що видобувається в місті Сукабумі, що дозволяє підвищити якість низькосортного кремнезему для поліпшення сировини для скляної промисловості.

Ключові слова: збагачення, кварцовий пісок, вилугування, видалення алюмінію, видалення заліза, кремнезем.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.227230

АНАЛІЗ ВПЛИВУ ІОННОЇ ПРОВІДНОСТІ ЕЛЕКТРОЛІТНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ПРОДУКТИВНІСТЬ ТВЕРДООКСИДНИХ ПАЛИВНИХ ЕЛЕМЕНТІВ (41–52)

Mega Nur Sasongko, Fahrizal Perdana, Widya Wijayanti

Тверді електроліти ТОПЕ відомі своєю іонною провідністю, яка збільшується з підвищенням робочої температури ТОПЕ. За допомогою чисельного моделювання в середовищі COMSOL Multiphysics був проведений аналіз вихідної потужності ТОПЕ з електролітами на основі стабілізованого оксидом ітрію діоксиду цирконію (YSZ) і літійового карбонату натрію – гадоліній-легованого оксиду церію ($(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$) для визначення потенціалу цих електролітів при їхньому застосуванні в ТОПЕ. Іонна провідність YSZ була диференційована на основі молярного значення вмісту ітрію, а саме 8, 8,95, 10 і 11,54 моль. При цьому GDC варіювався між 7,8, 10, 16,8 і 30 % в залежності від вмісту $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3$. При використанні чисельної моделі похибка розрахунків становить в середньому 7,32 % і 6,89 % для експериментальних значень потужності і напруги. Встановлено, що в ТОПЕ з електролітом YSZ вихідна потужність може збільшитися в 26,4–35 разів при підвищенні робочої температури з 500 °C до 750 °C. ТОПЕ з 8YSZ може виробляти найбільшу потужність в порівнянні з іншими YSZ, яка становить 123 А/м² при струмі 198 А/м² при робочій температурі 500 °C і 3440 А/м² при струмі 5549 А/м² при робочій температурі 750 °C. Тоді як в ТОПЕ з електролітом GDC було виявлено, що вихідна потужність може збільшитися в 18,6–22,6 рази при підвищенні робочої температури з 500 °C до 750 °C. ТОПЕ з 30 % $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$ виробив найбільшу потужність в порівнянні з іншими GDC, яка становить 231 А/м² при струмі 444 А/м² при робочій температурі 500 °C і 5240 А/м² при струмі 10077 А/м² при робочій температурі 750 °C. YSZ також показав можливість збільшення вихідної потужності при підвищенні температури ТОПЕ вище 750 °C, в той час як 30 % $(\text{LiNa})_2\text{CO}_3\text{-GDC}$ показує обмежене збільшення іонної провідності при 750 °C.

Ключові слова: ТОПЕ, іонна провідність, електроліт, продуктивність, COMSOL Multiphysics, YSZ, GDC.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233510

ВИЗНАЧЕННЯ ВПЛИВУ ІМПУЛЬСНИХ РЕЖИМІВ ОСАДЖЕННЯ НА ЕЛЕКТРОХРОМНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК $\text{Ni}(\text{OH})_2$ -ПОЛІВІНІЛОВОГО СПИРТУ (с. 53–58)

В. А. Коток, В. Л. Коваленко

Було досліджено вплив деяких режимів імпульсного режиму нанесення електрохромних плівок з водних розчинів нітрату нікелю з добавкою полівінілового спирту. У якості основи для осадження використовували скло, покрите плівкою оксиду олова допованого фтором. Осадження електрохромних плівок гідроксиду нікелю (II) – полівінілового спирту було проведено в трьох імпульсних режимах: $-0,2 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ c}$ (10 хвилин); $-0,5 \text{ mA/cm}^2 \times 2 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 8 \text{ c}$ (10 хвилин); $-1 \text{ mA/cm}^2 \times 1 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 9 \text{ c}$. При цьому кількість електрики, яка пішла на формування тонкопліткових електродів, була однаковою для всіх зразків.

Отримані плівки показали кардинальні відмінності в електрохімічних, оптичних і якісних характеристиках. Зразок, отриманий в режимі максимальної катодної густини струму і тривалості безструмової паузи ($1 \text{ mA/cm}^2 \times 1 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 9 \text{ c}$), мав найгірші питомі ємкісні і оптичні характеристики. Також цей зразок характеризувався найбільшою кількістю дефектів покриття і нерівномірністю кольору.

Зразок, який був отриманий при середніх щільності струмів ($-0,5 \text{ mA/cm}^2 \times 2 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 8 \text{ c}$), мав найвищі питомі характеристики серед електродів серії. Покриття було рівномірне і суцільне. Також даний зразок мав найбільшу стабільність величини глибини затемнення, яка змінювалася з 79,1 до 78,1 % (перший-п'ятий цикли).

Зразок, отриманий в режимі $-0,2 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ c}$, $0 \text{ mA/cm}^2 \times 5 \text{ c}$, продемонстрував середні питомі показники, однак при цьому мали місце дефекти покриття.

Згідно з отриманими результатами, був припущений механізм, який пояснює відмінності характеристик тонкопліткових електродів, сформованих в різних режимах. Цей механізм полягає в зміні часу нестационарних процесів і розподілі щільності струму при зміні величини густини струму осадження, тривалості катодного періоду і безструмової паузи.

Ключові слова: імпульсний режим, електроосадження, електрохромізм, композитне покриття, гідроксид нікелю, полівініловий спирт.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.232822**ПОРІВНЯННЯ ВПЛИВУ НАНОГЛИН НА ВОДОСТІЙКІСТЬ ІНТУМЕСЦЕНТНИХ ВОГНЕЗАХИСНИХ ПОКРИТТІВ (с. 59–70)****Л. М. Вахітова, К. В. Калафат, В. П. Плаван, В. І. Бессарабов, Н. А. Таран, Г. В. Загорій**

Досліджено вплив наноглин на водостійкість інтумесцентної системи поліфосфат амонію/меламін/пентаеритрит/діоксид титану/полімер (етиленвінілацетат (EVA) або стиролакрилат (SA)).

Встановлено, що додавання наноглини в покриття на основі етиленвінілацетату підвищує межу вогнестійкості металевої пластини на 30 %, а на основі стиролакрилату – на 50 %. При цьому покриття, до складу яких входить полімер EVA, характеризуються більшою вогнезахисною ефективністю та меншою водостійкістю, ніж покриття, що містять полімер SA.

Показано, що інтумесцентні покриття незалежно від природи полімеру в умовах 80 % вологості протягом 800 діб знижує вогнезахисні властивості в середньому на 10 %. Втрата вогнестійкості покриття відбувається з причини вимивання пентаеритрита, поліфосфату амонію і деградації полімеру шляхом гідролізу. Домішки наноглин з високим ступенем ексfolіації в досліджувану систему створюють бар'єрний ефект та максимально зберігають хімічний склад інтумесцентного покриття. Вогнезахисні властивості покриттів з домішками органомодифікованого монтморилоніту зберігаються або знижуються до 5 % в умовах 80 % вологості протягом 800 діб.

Визначено, що прямий вплив води на покриття терміном більше 2 діб призводить до істотного зниження коефіцієнта спучення інтумесцентних покриттів, незалежно від вмісту в їх складі нанодомішки. При цьому час напіврозпаду покриттів без наноглини, розрахований з константи розчинності у воді, становить 0,5 діб. Для покриттів, до складу яких входять домішки органомодифікованих наноглин, час напіврозпаду збільшується до 2 діб.

Представлені результати можуть бути рекомендовані для розробки водостійких вогнезахисних нанопокриттів реактивного типу з підвищеним терміном експлуатації.

Ключові слова: вогнезахист сталі, органомодифікований монтморилоніт, інтумесцентні покриття, етиленвінілацетат, стиролакрилат, межа вогнестійкості.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.233182**СТРУКТУРНА ТА МІКРОСКОПІЧНА ХАРАКТЕРИСТИКА АЛЬТЕРНАТИВНОГО НИЗЬКОЕНЕРГЕТИЧНОГО В'ЯЖУЧОГО, ЩО МІСТИТЬ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ В ЯКОСТІ ЛУЖНОГО АКТИВАТОРА (с. 71–79)****Aditianto Ramelan, Adhi Setyo Nugroho, Teti Indriati, Riska Rachmantyo**

Розробка потенційних альтернативних портландцементу в'язучих як і раніше стає глобальною проблемою в житловому та інфраструктурному аспектах. Це пов'язано з тим, що цемент і бетон стають основними матеріалами будівельних конструкцій. Звичайний портландцемент може утворювати тверду масу при змішуванні з водою в певному співвідношенні. Це пов'язано з утворенням фаз еттрінгіта і гідрату силікату кальцію (CSH), які сприяють міцності продуктів гідратації близько 33–53 МПа. Однак при виробництві клінкеру температура виготовлення портландцементу може досягати 1500 °С. Для зниження споживання енергії і собівартості виробництва, вчені намагалися використовувати пуццоланові матеріали.

Також проводяться дослідження пуццоланових матеріалів в якості лужно-активованого цементу, такого як ґрунтоцемент або геополімерний цемент. Отже, необхідне краще розуміння пуццоланової реакції та продуктів гідратації. У даній роботі були вивчені продукти гідратації низькоенергетичних в'язучих, що складаються з сумішей $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-SiO}_2$ і $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -метаколін-гіпсу.

Гідратовані продукти сумішей 41 мас. % $\text{Ca}(\text{OH})_2$ – 41 мас. % метаколіну – 18 мас. % гіпсу з подальшим затвердінням у воді при 50 °С протягом 28 днів піддавалися пуццолановій реакції. Рентгеноструктурний аналіз показав, що гідратований продукт в основному складається з еттрінгіта (60,0 %) і кристалічного CSH (23,4 %). Отримані дифрактограми показали характерний горб, який вказує на наявність аморфних фаз поряд з кристалічними. Для підтвердження наявності некристалічних або аморфних фаз гідратованих продуктів використовували поляризаційний оптичний мікроскоп (ОМ) з використанням методу схрещених ніколей. Характеристика фаз є новизною цього дослідження. Еттрінгіт, кристалічний CSH і аморфні фази діють як міцне в'язуче, що сприяють середній максимальній міцності на стиск 22,17 МПа.

Ключові слова: низькоенергетичне в'язуче, лужний активатор, метаколін, пуццоланова реакція, горб дифрактограми, аморфна фаза, поляризований оптичний мікроскоп.

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.231071**ВИКОРИСТАННЯ СЛЮДЯНОГО СЛАНЦЮ З ІНДОНЕЗІЇ В ЯКОСТІ СИРОВИНИ ДЛЯ ВИЛУЧЕННЯ ЛІТІУ З ВИКОРИСТАННЯМ СУЛЬФАТИЗУЮЧОГО ВИПАЛУ І КИСЛОТНОГО ВИЛУГОВУВАННЯ (с. 80–88)****Nadia Chrisayu Natasha, Latifa Hanum Lalasari, Lia Andriyah, Tri Arini, Fariza Eka Yunita, Didied Haryono, Fani Rinanda**

Літєві мінерали стають субекономічною сировиною при виробництві літію для задоволення попиту на літій. Дане дослідження присвячене вилученню літію з слюдяного сланцю з використанням процесів випалу і вилуговування. Для вивчення явищ в процесі

вилучення літію використовувався слюдяний сланець з Кебумену, Індонезія. В якості речовини для випалу використовували сульфат натрію, вилуговуючої речовини – 0,36 М сірчаної кислоти. В якості змінних використовувалося співвідношення твердого/рідкого (1:5, 1:10, 1:15 і 1:20 (г/мл)) і час вилуговування (30, 60, 90 і 120 хвилин). Процес випалу проводили при 700 °С протягом 40 хвилин, вилуговування – при 70 °С і 350 об/хв. Для вивчення утворених сполук, хімічного складу і морфології матеріалів використовувався рентгеноструктурний аналіз, ІЗП-ОЕС і РЕМ. Для інтерпретації вмісту кожної сполуки в слюдяному сланці, випаленому слюдяному сланці і залишку використовувалася програма HighScore Plus (HSP). ІЗП-аналіз підтвердив, що слюдяний сланець містить 45,28 ppm літію. Рентгеноструктурний аналіз підтверджує, що літій знаходиться в слюдяному сланці у вигляді лепідоліту ($\text{KLi}_2\text{AlSi}_4\text{O}_{10}(\text{F,OH})_2$). Сульфатизуючий випал не вплинув на тип лепідоліту, але на реакційну здатність лепідоліту по відношенню до хімічної речовини. РЕМ показує, що в процесі випалу середній розмір частинок зменшився з 32,17 до 27,16 мкм. ІЗП-аналіз випаленого слюдяного сланцю показує, що концентрація літію знизилася з 45,28 до 1,27 ppm. Оптимальним результатом дослідження було 97,66%-ве вилучення літію при співвідношенні твердого/рідкого 1:5 (г/мл) і часі вилуговування 30 хвилин. HSP показує, що вміст лепідоліту в вихідному слюдяному сланці, випаленому слюдяному сланці і залишку склав 60,6; 24,3 і 18,7% відповідно. Концентрація літію в залишку за даними ІЗП-аналізу становить 1,06 ppm.

Ключові слова: літій, вилучення, слюдяний сланець, лепідоліт, сульфатизуючий випал, кислотне вилуговування, мінерал.