

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ им. В.Г. ШУХОВА»
(БГТУ им. В.Г. Шухова)

На правах рукописи



РЫЖИХ ВЛАДИСЛАВ ДМИТРИЕВИЧ

**ЗАКЛАДОЧНЫЕ ТВЕРДЕЮЩИЕ СМЕСИ
С НАПРАВЛЕННЫМ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕМ**

Специальность 2.1.5 – Строительные материалы и изделия

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук,
профессор Загороднюк Л.Х.

Белгород – 2023

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
1 ОБЗОР НАУЧНОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	13
1.1 Опыт разработки месторождений с твердеющей закладкой, требования к твердеющим закладкам.....	13
1.2 Практическое применение составов твердеющей закладки.....	20
1.2.1 Составы с цементной вяжущей добавкой.....	20
1.2.2 Составы со шлаковой вяжущей добавкой.....	26
1.2.3 Составы химического закрепления массива.....	28
1.2.4 Многокомпонентные составы твердеющих закладок.....	30
1.3 Материалы для приготовления твердеющих закладок.....	32
1.4 Влияние заполнителей на физико-механические характеристики закладочных смесей.....	36
1.5 Технологические требования при создании закладочного массива в горных выработках.....	39
1.6 Выводы по главе 1.....	42
2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	45
2.1 Характеристика применяемых материалов.....	45
2.2 Оборудование и методы исследований.....	49
3 ПОЛУЧЕНИЕ ГРАНУЛИРОВАННЫХ ЗАПОЛНИТЕЛЕЙ.....	55
3.1 Получение вяжущих композиций в вихревой струйной мельнице для гранулированных заполнителей.....	55
3.2 Разработка гранулированных заполнителей на различных вяжущих композициях и фракциях песка.....	58
3.2.1 Получение гранулированных заполнителей и их испытание.....	58
3.2.2 Влияние фракции заполнителя и расхода портландцемента на физико-механические свойства гранулированного заполнителя.....	62
3.2.3 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-1) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя.....	65

3.2.4 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-2) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя.....	68
3.2.5 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-3) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя.....	70
3.2.6 Изучение микроструктуры гранулированных заполнителей, полученных на различных вяжущих композициях и фракциях песка.....	73
3.3 Построение и анализ математических моделей гранулированных заполнителей.....	82
3.4 Выводы по главе 3.....	91
4 ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ВЯЖУЩИХ В РАЗЛИЧНЫХ ПОМОЛЬНЫХ АГРЕГАТАХ И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СВОЙСТВ.....	93
4.1 Получение композиционных вяжущих в различных помольных агрегатах....	93
4.1.1 Дисперсные характеристики композиционных вяжущих.....	93
4.1.2 Особенности формирования шлаковых частиц при помоле и их микроструктура.....	99
4.2 Основные характеристики композиционных вяжущих, полученных в различных помольных агрегатах.....	102
4.3 Рентгенофазовый анализ гидратированных композиционных вяжущих.....	107
4.4 Микроструктуры композиционных вяжущих, полученных в различных помольных агрегатах.....	114
4.4.1 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в вибрационной мельнице МВ-20.....	114
4.4.2 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в вихревой струйной мельнице ВСМ-01.....	115
4.4.3 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в роторной шаровой мельнице РШМ-60-7.....	117
4.5 Выводы по главе 4.....	118
5 РАЗРАБОТКА ЗАКЛАДОЧНЫХ ТВЕРДЕЮЩИХ СМЕСЕЙ, ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ПРАКТИЧЕСКАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ.....	121
5.1 Разработка компонентных составов закладочных смесей.....	121

5.2 Исследование процессов гидратации закладочных смесей рентгенофазовым и дифференциальным квазиизотермическим методами.....	125
5.3 Микроструктура гидратированных закладочных смесей.....	133
5.4 Разработка технологии изготовления закладочных смесей.....	136
5.5 Разработка нормативно-технической документации и промышленная апробация.....	140
5.6 Обоснование экономической целесообразности выпуска и применения закладочных смесей.....	141
5.7 Проведение натурных испытаний на контрольном участке ООО «Стройтехнология».....	144
5.8 Выводы по главе 5.....	146
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	150
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	153
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	156
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	179
Приложение А. «Рабочая матрица» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм.....	180
Приложение Б. «Матрицы планирования» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм.....	182
Приложение В. Данные прочностных показателей в матричной форме для проведения планирования эксперимента.....	184
Приложение Г. Результаты уравнений регрессии.....	185
Приложение Д. Оптимизация математической модели.....	186
Приложение Е. Акт о выпуске полупромышленной партии гранулированных заполнителей с использованием портландцемента и кварцевого песка фракций $\leq 0,63$ мм.....	189
Приложение Ж. Акт о выпуске полупромышленной партии композиционных вяжущих с использованием портландцемента и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь».....	190

Приложение И. Акт о выпуске полупромышленной партии закладочных смесей с использованием композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь».....	191
Приложение К. Технические условия «Гранулированные заполнители на основе кварцевого песка и портландцемента».....	192
Приложение Л. Технические условия «Композиционные вяжущие для закладочных смесей».....	193
Приложение М. Технические условия «Закладочные смеси».....	194
Приложение Н. Технологический регламент производства гранулированных заполнителей на основе кварцевого песка и портландцемента.....	195
Приложение П. Технологический регламент производства композиционных вяжущих для закладочных смесей.....	196
Приложение Р. Технологический регламент производства закладочных смесей...	197
Приложение С. Выписка из протокола заседания научно-технического совета открытого акционерного общества «Всероссийский научно-исследовательский институт по осушению месторождений полезных ископаемых, защите инженер-ных сооружений от обводнения, специальным горным работам, геомеханике, геофизике, гидротехнике, геологии и маркшейдерскому делу» №4 от 27 октяб-ря 2023 года.....	198
Приложение Т. Справка о внедрении результатов научно-исследовательской работы в учебный процесс.....	200
Приложение У. Патент РФ на изобретение № 2022110127/03(021274) «Гранулированный заполнитель для бетонной смеси, состав бетонной смеси для получения бетонных строительных изделий, бетонное строительное изделие».....	201

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. При разработке богатейшего месторождения железной руды (содержание железа в руде до 68%) Яковлевского ГОКа подземным способом применяется система заполнения выработанного пространства твердеющей закладкой. Приготовление закладочных смесей осуществляется путем использования портландцемента и кварцевого песка местного карьера, характеризующегося мелкими и очень мелкими песками. Вследствие этого, в зависимости от модуля крупности (максимальный $M_{кр}=1,19$) песков, добытых с различных горизонтов, готовят составы закладочных смесей с разным содержанием портландцемента, что отражается на физико-механических показателях отформованных массивов, характеризующихся изменяющейся плотностью, прочностью и слоистой структурой, что существенно влияет на монолитность и приводит к разрушениям. Расход портландцемента в составе закладочных смесей может достигать 50 %, что связано с отсутствием мелких фракций крупного заполнителя и крупных фракций мелкого заполнителя.

Яковлевский ГОК постоянно наращивает объемы добычи руды, так в 2022 г. ГОК добыл 3,2 млн. т. руды, что на 24% выше показателя 2021 г., в 2023 г. планируется добыть 3,75 млн. т. руды. Для этого потребуются значительные объемы закладочных смесей, что увеличит расход сырьевых материалов, в том числе портландцемента.

В связи с вышеизложенным, оптимизация технологии приготовления закладочных смесей и подбор их рациональных составов, с учетом использования местных ресурсов и эффективных композиционных вяжущих является актуальным, что позволит существенно снизить затраты на производство.

Диссертационная работа выполнена в рамках Программы «Приоритет – 2030» на базе Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова с использованием оборудования Центра высоких технологий БГТУ им. В.Г. Шухова (государственное задание № 11.9329.2017/БЧ) и гранта РФФИ № 22-19-20115.

Степень разработанности темы. Разработкой научно-теоретических основ создания твердеющих закладочных смесей занимались многие российские и зарубежные ученые: Агошков М.И., Бронников Д.М., Городецкий П.И., Именитов В.Р.,

Кудяков А.И., Куликов В.В., Малахов Г.М., Попов Г.Н., Сергеев А.А, Симаков В.А., Требуков А.Л., Шестаков В.Д., Belagraa L., German V.I., Henley S., Naziemiec Z., Ptak M., и др. В их работах приведены результаты исследований по созданию новых компонентных составов с применением отходов разных отраслей промышленности. Установлено, что все разрабатываемые закладочные смеси отличаются достаточной прочностью на сжатие и на растяжение при изгибе. Отмечается, что большое количество научных работ сосредоточено в области создания твердеющей закладки без предварительной механической активации сырьевых материалов в помольных агрегатах, что снижает возможность проявления синергетического потенциала компонентов и смеси в целом. Использование помольного оборудования в процессе производства закладочных смесей позволит: повысить активность дорогостоящих вяжущих материалов и техногенных отходов; уплотнить структуру кристаллообразований при гидратационных процессах за счет увеличения дисперсности материалов, что положительно скажется на физико-механических показателях закладочного массива; увеличить адгезию закладочной смеси в выработанном пространстве.

Отмечено, что особенности помола сырьевых материалов в роторных шаровых мельницах практически не исследованы, вследствие новизны их конструкции и применения. В настоящей работе предложена технология получения закладочных смесей с применением роторной шаровой мельницы.

Цель работы. Разработка научно-обоснованного технологического решения, обеспечивающего получение закладочной смеси с направленным структурообразованием на основе композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлаков.

Для достижения поставленной цели решались **следующие задачи:**

- обоснование возможности получения закладочных смесей с требуемыми физико-механическими характеристиками за счет использования композиционных вяжущих и гранулированных заполнителей, приготовленных методом экструзионного формования в шнековом грануляторе, и шлаков;

- выявление закономерностей совместного влияния размеров фракции песка и количества вяжущей композиции на прочность гранулированных заполнителей, а также рецептурных параметров закладочных смесей;

- изучение процессов структурообразования и совместной работы композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлаков в составе закладочного массива;
- разработка рецептурно-технологических параметров изготовления закладочных смесей на основе композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлаков. Подготовка нормативных документов для реализации теоретических и экспериментальных исследований, промышленная апробация.

Научная новизна. Предложено научно обоснованное технологическое решение, обеспечивающее получение закладочных смесей с требуемыми физико-механическими характеристиками, заключающееся в использовании композиционных вяжущих, полученных механоактивацией портландцемента и шлака доменного гранулированного в роторной шаровой мельнице; гранулированного заполнителя, приготовленного методом экструзионного формования в шнековом грануляторе смеси мелкого кварцевого песка и вяжущей композиции, полученной путем механоактивации портландцемента и мелкого кварцевого песка в вихревой струйной мельнице. Механоактивационная обработка при изготовлении вяжущих композиций для гранулированных заполнителей и получении композиционных вяжущих, рациональный подбор компонентов системы, обеспечивает получение закладочных смесей с пределом прочности на сжатие 11,9...25,8 МПа.

Предложена феноменологическая модель структурообразования закладочных смесей, состоящих из композиционного вяжущего, гранулированного заполнителя и шлака. Наличие гранулированного заполнителя, выступающего в роли внутренних демпферов системы, усиливает прочность закладочного массива вследствие перераспределения части растягивающих и сжимающих напряжений. Механоактивация вяжущих композиций, содержащих портландцемент и мелкий кварцевый песок, способствует аморфизации верхнего слоя частиц кремнеземного компонента, благодаря чему он выступает в качестве центров кристаллизации. В связи с этим, в контактных зонах закладочных массивов с рудным телом и в совокупности с повышенной удельной поверхностью компонентов вяжущего ускоряются физико-химические процессы гидратации, увеличивается количество гидратных фаз, что способствует возрастанию прочности создаваемого массива.

Установлены закономерности совместного влияния размеров фракции песка и количества вяжущей композиции на прочность гранулированного заполнителя, а также рецептурных параметров закладочных смесей: соотношения шлака доменного гранулированного и композиционного вяжущего; гранулированного заполнителя и композиционного вяжущего; гранулированного заполнителя и шлака доменного гранулированного на прочность закладочных массивов. Полученные зависимости позволяют проводить рационализацию закладочных смесей в соответствии с требуемыми характеристиками.

Теоретическая и практическая значимость работы. Дополнены теоретические представления о процессах синергетического взаимодействия доменных гранулированных шлаков, композиционных вяжущих и гранулированных заполнителей в компонентном составе закладочных смесей, о чем свидетельствуют повышенные физико-механические характеристики образцов при сниженном расходе портландцемента.

Разработаны композиционные вяжущие на основе портландцемента и доменного гранулированного шлака обладают прочностью при сжатии 60,1 МПа и плотностью 1640 кг/м³. Установлено, что помол композиционных вяжущих в роторной шаровой мельнице в течение 15 мин позволяет получать материал с удельной поверхностью свыше 900 м²/кг с наличием частиц неправильной формы с рваными и оскольчатými краями, уплотняющими структуру цементного камня.

На основе мелкодисперсных песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм и вяжущих композиций, полученных совместным измельчением мелких кварцевых песков и портландцемента в вихревой струйной мельнице, приготовлены гранулированные заполнители широкой номенклатуры, усиливающие закладочный массив путем перераспределения растягивающих и сжимающих напряжений.

Разработаны компонентные составы закладочных смесей с требуемыми технологическими характеристиками и наибольшими прочностями на сжатие 25,8 МПа и на растяжение при изгибе 3,6 МПа в возрасте 28 сут на основе композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулиро-

ванного, что удовлетворяет требованиям к закладочным смесям. Предложена технология производства закладочных смесей.

Положения, выносимые на защиту:

– теоретическое обоснование и практическое подтверждение возможности использования: мелкодисперсных кварцевых песков в процессе экструзионного гранулирования, как компонента для закладочной смеси; доменного гранулированного шлака в качестве минеральной добавки при получении композиционных вяжущих и закладочных смесей;

– особенности и эффективность структурообразования материалов при помоле в различных помольных установках;

– структурообразование гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей с учетом химических и структурно-морфологических особенностей компонентов;

– рациональные компонентные составы гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей на их основе;

– технология производства закладочных смесей на основе гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и доменного гранулированного шлака;

– результаты апробации закладочных смесей на основе гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и доменного гранулированного шлака с расчетом экономической эффективности.

Методология и методы исследований. Методологической основой для проведения научно-исследовательской работы послужили общепринятые теоретические основы строительного материаловедения с учетом позиций трансдисциплинарности. Работа строилась на базе современных методов исследований: лазерной гранулометрии, рентгенофазового, растровой электронной микроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии. Для решения поставленных задач выполнено математическое моделирование для компонентных составов ГЗ.

Степень достоверности результатов работы обеспечена системой методов проведенных исследований с применением стандартных средств измерений и современного аттестованного оборудования. Полученные результаты подкреплены значи-

тельным объемом экспериментальных исследований и не противоречат результатам исследований авторов в данной области тематики и общепринятым фактам. Полученные результаты апробированы в полупромышленных и натуральных условиях.

Внедрение результатов работы. Выпуск полупромышленных партий гранулированных заполнителей на основе кварцевого песка и портландцемента, композиционных вяжущих и закладочных смесей производился на базе ООО «Стройтехнология». Разработаны технические условия и технологические регламенты на гранулированные заполнители на основе кварцевого песка и портландцемента, композиционные вяжущие и закладочные смеси. Получена выписка из протокола заседания научно-технического совета ОАО «ВИОГЕМ» №4 от 27 октября 2023 года, свидетельствующая, что результаты диссертационной работы представляют значительный практический интерес и рекомендуются для широкого внедрения при разработке проектных решений по ведению закладочных работ в подземных горных выработках.

Результаты научных исследований и теоретические положения диссертационной работы используются в учебном процессе БГТУ им В.Г. Шухова при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Строительство».

Апробация результатов работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на: II Международном онлайн-конгрессе «Природоподобные технологии строительных композитов для защиты среды обитания человека» (Белгород, 2019); Международной научно-технической конференции молодых ученых БГТУ им В.Г. Шухова (Белгород, 2020, 2021); VI Международной научно-практической конференции, посвященной 50-летию кафедры строительства и городского хозяйства (Белгород, 2022); VI Всероссийской научно-практической конференции «Военно-инженерное дело на Дальнем Востоке России» (Владивосток, 2022); International Conference «Scientific research of the SCO countries: synergy and integration» (Китай, Пекин, 2022).

Публикации. Основные результаты диссертационной работы изложены в 14 научных публикациях, в том числе в 4 статьях в российских журналах, входящих в перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК РФ, 4 статьях в

изданиях, индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science, 6 статьях в сборниках трудов конференций. Получен патент на изобретение.

Личный вклад автора состоит в обосновании рабочей гипотезы и научной идеи, постановке цели и задач исследования, в теоретическом анализе данных по проблеме исследования, в планировании и реализации экспериментов, анализе и обобщении результатов исследований, формулировке выводов, положений прикладных решений и разработок. Проведена апробация результатов работы.

Объем и структура работы. Диссертационная работа изложена на 201 страницах и включает: введение, 5 глав, заключение, список литературы (включающий 200 наименований) и 17 приложений, содержит 75 рисунков и 46 таблиц.

1 ОБЗОР НАУЧНОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Опыт разработки месторождений с твердеющей закладкой, требования к твердеющим закладкам

Анализ многолетних исследований технологии добычи руд черных и цветных металлов показывает, что около 30-35% сырья добывается подземным способом. Применение высокоэффективных механизмов и различных конструктивных систем с использованием индивидуальных закладочных смесей позволяет вести работы на значительной глубине с высокой производительностью.

В зависимости от объема месторождения, вида сырья, а также технико-экономических показателей определяется вид будущей разработки. Открытый способ выгоден при больших площадях разрабатываемого пространства и объемах залегающих полезных ископаемых. Подземный способ – способ добычи полезных ископаемых путем подземных горных выработок без нарушения поверхностного слоя земли.

Структура работ разных систем подземных выработок строится по одному шаблону: первый этап – подготовительный; второй этап – проведение нарезных выработок; третий этап – выполнение циклических, индивидуально разработанных технологических процессов. Систем разработок полезных ископаемых существует большое количество, и они разделяются по разным признакам (рисунок 1.1).



Рисунок 1.1 – Основные систематизационные признаки группирования закладочных массивов в выработанном пространстве

Широко известны классификации систем разработок полезных ископаемых Агошкова М.И., Именитова В.Р. [1-7].

Разработка подземного пространства шахт, штольней, рудников преимущественно реализуется с закладкой выработанного пространства, которая представляет собой совокупность технологических процессов по заполнению внутриопалубочного пространства предварительно установленной опалубки подземной шахты. Закладка выработанного пространства производится для того, чтобы обезопасить участок выполнения горнодобывающих работ, путем управления горным давлением, предотвращения эндогенных пожаров, а также для улучшения качества добытого сырья. Устройство закладок выработанного пространства снижает вероятность внезапных выбросов природного газа и угля, деформаций поверхности земли и разрушения зданий и сооружений, расположенных на подрабатываемых территориях. Закладочные комплексы подразделяют по виду транспортирования закладочной смеси: *гидравлические, пневматические, самотёчные, механические и твердеющие (совмещенные)*.

В настоящее время активно ведутся исследования и разработки в области модернизации технологии доставки закладочных смесей и подбора оптимальных композиционных составов для обеспечения прочности и долговечности закладочного массива [8-12], написан ряд инновационных научных работ по данной тематике [13-21].

Технология гидравлического способа закладки заключается в использовании потока воды доставки по трубопроводу необходимого закладочного материала с последующим заполнением им выработанного пространства. Впервые гидравлическая закладка выработанного пространства начала применяться на рудниках США в 1880-1890 гг. и в шахтах в Германии с 1894 г.

Закладка смеси пневматическим методом производится при использовании технологий векторного направления сжатого воздуха по трубопроводу. Перемещение закладочной смеси происходит за счет перераспределения давлений в трубопроводе и контактного сопротивления самого материала с воздушными массами. В практике отечественных и зарубежных горнодобывающих предприятий при разработке полезных ископаемых подземным методом преимущественно используются три основных

технологических схемы пневматической закладки: с частичным или полным оставлением породы в шахте, с доставкой породы с поверхности.

Применение самотёчной закладки часто обуславливается наличием наклонных или крутых пластов по простиранию наклонными слоями, камерной и сплошной системами. При данном типе закладочной системы закладочная смесь должна обладать всеми необходимыми физико-механическими свойствами, в том числе, реологическими. В самотёчной закладке смесь подается в скважину (трубопровод) и под действием сил тяжести направляется вниз по оси ускорения свободного падения.

Одна из индивидуальных технологических систем транспортирования закладочного раствора – *механическая закладка*. Данный вид системы отличается сложностью транспортирования смеси к закладочному пространству и нередко используется в разработке угольных шахт и рудных месторождений. Механическую закладку часто применяют в комплексе с самотечной закладкой, так как это самый простой способ обеспечения доставки смеси на закладочный горизонт.

При разработке месторождений подземным способом руд черных и цветных металлов широко зарекомендовали себя системы с *твердеющей закладкой (совмещенной)*. Часто производство работ системы твердеющей закладки производится на поверхности земли с последующей доставкой смеси на закладочный горизонт. Такой порядок производства ввиду сложного технологического процесса приготовления закладочной смеси является целесообразным.

Главные преимущества и недостатки применения твердеющей закладки в горнодобывающем комплексе представлены на рисунке 1.2.

Особенности устройства твердеющей закладки обуславливаются наличием местных строительных материалов, обладающих разными свойствами и различными минералогическим и химическим составами. Применение тех или иных материалов, в разных пропорциях, в процессе выполнения закладочных операций помогает подобрать необходимую прочность закладочной смеси для обеспечения стабильной и безопасной работы конструкций.

В литературе [1-4, 8, 9] достаточно подробно изложены основные этапы приготовления и транспортирования закладочных смесей.

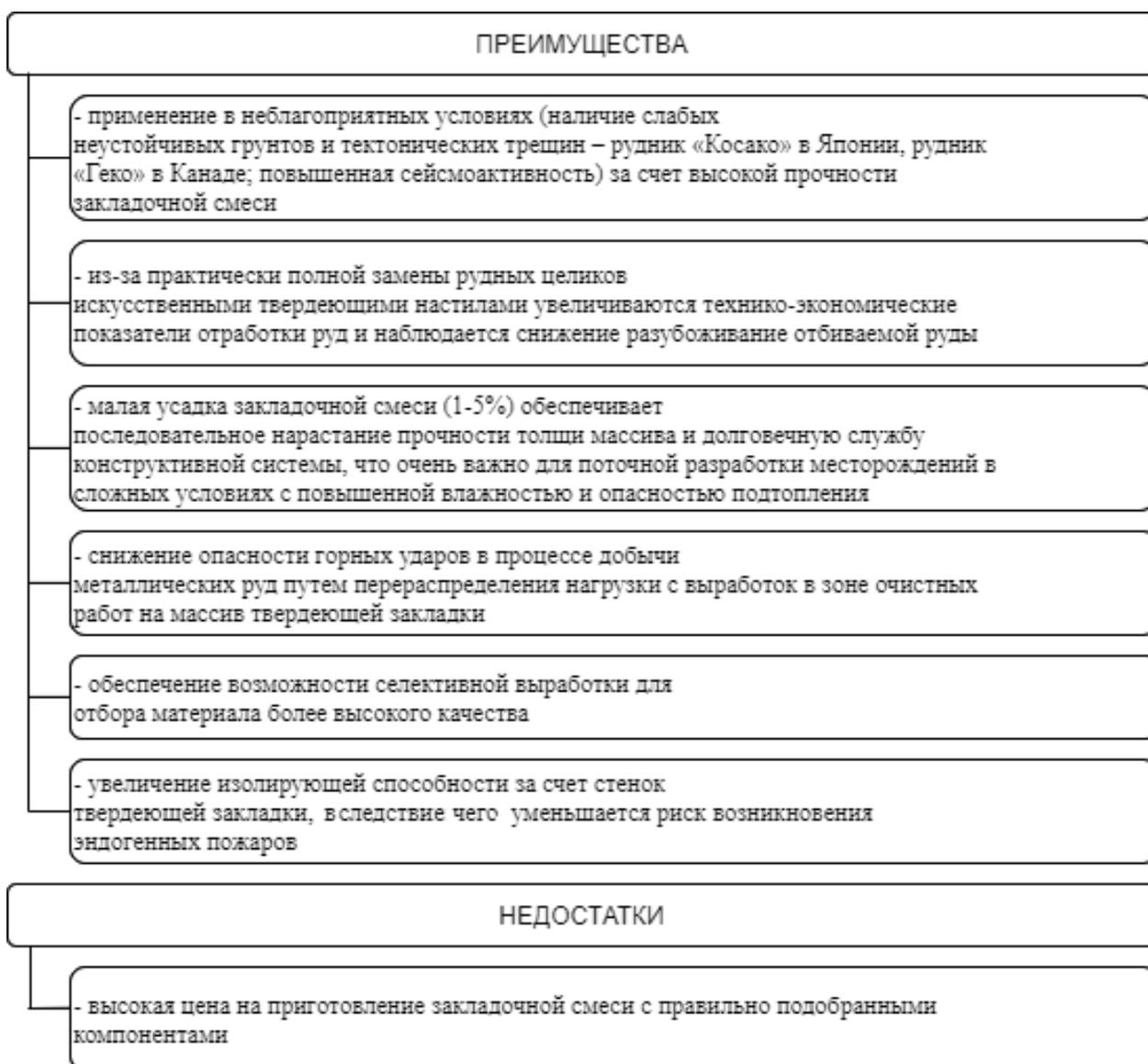


Рисунок 1.2 – Преимущества и недостатки применения твердеющей закладки

Широкое внедрение твердеющей закладки в систему горнодобывающей промышленности продиктовано требованиями вовлечения в эксплуатацию новых крупных месторождений со сложными геологическими условиями, повышения качества добываемого минерального сырья, полноты использования недр (отработки месторождений полезных ископаемых с минимизацией потерь), внедрения отходов металлургического и горно-обогатительного производства в состав композиционных закладочных смесей с целью экономии материалов и сырья, а также обеспечения экологической безопасности окружающей среды.

Активный ввод технологии твердеющей закладки произошел только в конце 70-х гг. XX в. (рисунок 1.3). Устройство твердеющей закладки в процессе подземных разработок рудных месторождений нашло широкое применение на ведущих горнодобывающих комплексах стран СНГ: Яковлевский ГОК, Запорожский железорудный комбинат, Криворожский железорудный бассейн (Южный ГОК, Новокриворожский ГОК, Центральный ГОК, Северный ГОК, Ингулецкий ГОК), Таштагольский рудник (ОАО «Евразруда»).

Добыча около 40-50% всей металлической руды Канады производится на рудниках («Vale Inco», «Falconbridge Ltd.») с системой твердеющей закладки от общего объема добычи руд. В Швеции (компания «Boliden») удельный вес добычи руды с твердеющей закладкой составляет в среднем от 20 до 30 %. Добыча металлических руд во Франции, при подземной разработке руд с применением системы твердеющей закладки находится на уровне 70%.

В настоящее время направление развития технологии твердеющей закладки движется в сторону повышения качества выемки богатых руд и совершенствования выемки бедных руд.

Опираясь на труды Сергеева А.А, Городецкого П.И., Кудякова А.И., Шестакова В.Д., Требукова А.Л., Симакова В.А., Агошкова М.И., Бронникова Д.М., Малахова Г.М., Попова Г.Н., Куликова В.В. и многих других [22-30], следует отметить, что стоимость полезных ископаемых напрямую зависит от экономических показателей трудозатрат технологической выработки и объема невыработанных ископаемых. Поэто-

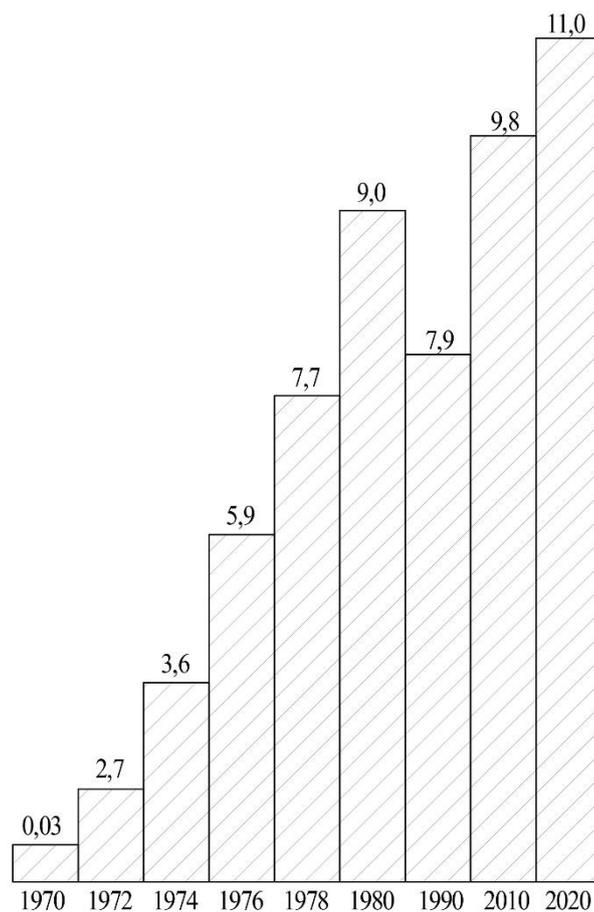


Рисунок 1.3 – Удельный вес добычи железных руд в СССР и РФ с применением системы твердеющей закладки

му для каждой системы разработки твердеющей закладки в определенных горно-геологических условиях характерен индивидуальный подбор состава закладочной смеси и технологической линии закладки выработанного пространства. Научные опыты, проводимые профессором Требуковым А.Л., показали, что фактическая прочность закладочной смеси в 2 раза ниже проектной при проведении закладочных работ с применением системы твердеющей закладки на разных рудниках СССР (таблица 1.1).

При проектировании состава твердеющей закладочной смеси необходимо обратить внимание на следующие факторы, которые напрямую будут влиять на свойства будущего материала: гранулометрический состав; качественные характеристики сырьевых материалов, вид и объем заполнителя; количество воды; технологический способ приготовления и доставки; условия твердения; динамика набора прочности.

Таблица 1.1 – Показатели фактической и проектной прочности некоторых закладочных смесей твердеющей закладки на некоторых отечественных рудниках

№ п/п	Рудник	Система закладки	Прочность на сжатие закладочного материала, МПа	
			проектная	фактическая
1	Гайский	Этажно-камерная	10	5
2	Зыряновский	Этажно-камерная, с горизонтальными слоями	8	5-6
3	Первомайский	Подэтажные штреки	12	7-8
4	Текелийский	Этажно-камерная	10	5-6

Соотношение крупного и мелкого заполнителя, их вид играют одну из ключевых ролей в структурообразовании закладочного массива. Стандартный объем заполнителя в составе классической закладочной смеси составляет 70-90 мас. %. Качественной характеристикой, характеризующей плотность будущего массива, является удобоукладываемость, которая зависит от толщины цементной обмазки, обволакивающей зерна заполнителя.

По утверждению [13, 16, 20, 31, 32], водовязущее отношение в составе твердеющей закладки является одним из главных факторов, оказывающих влияние на экономическую и физико-механическую характеристики производства закладочного массива. Значительное содержание воды в закладочных смесях продиктовано требованиями реологических параметров (пластичностью, подвижно-

стью и углом растекания смеси), которые гарантируют заполнение выработанного пространства в полном объеме.

На скорость выработки руд и прочностные свойства твердеющего закладочного массива оказывает существенное влияние динамика набора прочности закладочной смеси. В исследованиях [13-16, 32 - 35] приводится информация, что активный набор прочности смеси происходит в первые 60 дней, далее наступает период «замедления».

Основное требование к твердеющей закладке – нерасслаиваемость (особенно с большим содержанием крупного заполнителя) во время транспортировки и производства работ по укладке. Расслаиваемость влияет на неравномерное распределение смеси, неоднородность закладочного массива и на понижение прочности твердеющей закладки.

Классифицируя составы твердеющей закладки по видам вяжущих и заполнителей, можно наиболее полно разработать технологию приготовления закладочной смеси, подготовить сырьевые компоненты, применяемые в составе закладки, процесс формирования и прогнозирования физико-механических показателей будущего закладочного массива. В таблице 1.2 приведена классификация составов твердеющей закладки с различными видами вяжущих и заполнителей.

Комплексы твердеющей закладки различаются между собой:

- а) физико-механическими и физико-химическими свойствами закладочного массива, зависящими от качества вяжущего компонента и заполнителя;
- б) горно-геологическими и экономико-географическими условиями, которые оказывают значительное влияние на использование той или иной системы закладки с созданием закладочной смеси с необходимыми характеристиками.

Модификация старых и создание новых высокоэффективных закладочных составов твердеющей закладки путем ввода новых материалов, усовершенствование автоматизированного производства поможет повысить производительность труда рабочего и качество добычи металлической руды.

Таблица 1.2 – Классификация составов твердеющей закладки по видам вяжущих и заполнителей

№ п/п	Вид вяжущего компонента	Вид заполнителя
1	Цементная вяжущая добавка	Добываемый из горных пород (песок, глина, мелкофракционные породы, суглинок и др.)
		Отходы производства (шлак неактивный, шлам, хвосты флотации обогатительных фабрик и др.)
		Комбинированный (заполнитель, добываемый из горных пород + отходы производства)
2	Шлаковая вяжущая добавка	Добываемый из горных пород
		Отходы производства
		Комбинированный (заполнитель, добываемый из горных пород + отходы производства)
3	Химическое закрепление массива	Использование окислительных процессов, происходящих в закладке под воздействием внешней среды
		Предварительная подготовка части составляющих закладки (обжиг, гидратирование и др.)
		Использование химических реагентов

Таким образом, перспективным направлением научных исследований материаловедения в области горнодобывающей промышленности является разработка и создание нового технологически оправданного закладочного состава системы твердеющей закладки, который будет выгодно отличаться высокой прочностью, низкой сметной стоимостью приготовления и производства работ, а также будет обеспечивать безопасные условия разработки подземного пространства с максимальным объемом выработки и минимизацией разубоживания полезных ископаемых.

1.2 Практическое применение составов твердеющей закладки

1.2.1 Составы с цементной вяжущей добавкой

Существует три основных вида твердеющей закладки отличных по виду вяжущего компонента – цементная вяжущая добавка, шлаковая вяжущая добавка и химическое закрепление массива, основанное на возникновении химических реакций в массиве закладки.

Одним из распространенных композиционных растворов является твердеющая закладка с вяжущим на основе портландцемента. Благодаря высоким физи-

ко-механическим показателям закладочных массивов твердеющие закладки на основе различных портландцементов получили широкое распространение.

В процессе изучения научной и патентной литературы [25-51] выявлены месторождения, рудники и горно-обрабатывающие комбинаты, на которых применяется твердеющая закладка: Яковлевский ГОК (Белгородская область, п. Яковлево), «Маяк» (Норильск), Текелийский рудник (г. Алматы), Тишинский рудник (г. Риддер, Казахстан), Рудник «Северный» (Мурманская область), Джезказганский рудник (Республика Казахстан), Риддер-Сокольный рудник (Казахстан), рудник Косако (Япония) и др.

Яковлевский ГОК (Белгородская область, п. Яковлево) ведет разработку железной руды из подземных шахт. Основным вяжущим материалом в технологии изготовления закладочного массива является портландцемент марок М500, М600. В шахте Яковлевского рудника ведется добыча богатых железных руд коры выветривания железистых кварцитов и сланцев на средней глубине залегания до 700 м. Коэффициент крепости руд варьируется от 4 до 12. Уникальность Яковлевского рудника заключается в высоком содержании железа в рудных залежах – 60-63% [34-36]. Среднее содержание основных компонентов богатых железных руд в Яковлевском руднике приведено в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Среднее содержание компонентов богатых железных руд в Яковлевском руднике

Область содержания	Содержание, %				
	Fe _{общ}	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	S
По всему месторождению	60,5	5,0	2,33	0,020	0,10
Шахтное поле выработок рудника	61,7	5,8	1,9	0,03	0,09

С 70-80 гг. прошлого века в шахтах Яковлевского рудника ведется закладка смеси с использованием портландцемента. В ходе добычи полезных ископаемых стало экономически невыгодным производить выработку с использованием портландцемента в качестве основного вяжущего.

Состав 1 м³ твердеющей закладки Яковлевского ГОКа: портландцемент – 20-50%; песок – 50-80%. Нормативная прочность закладочного массива в возрасте 28 сут составляет 4 – 5 МПа [35]. Следует отметить, что состав закладочной смеси на Яковлевском ГОКе весьма невыгоден из-за перерасхода вяжущего вещества

(портландцемента) в 2 раза и более. Песок для закладочной смеси добывается на Яковлевском песчаном карьере. Пески карьера разделены на 5 разновидностей по цвету, свойствам и горизонту залегания:

а) песок (1-й сорт), цвет желтый, отмечаются зернистые глинистые включения серо-бурого цвета;

б) песок (2-й сорт), цвет светло-желтый, отмечаются зернистые глинистые включения светло-серого цвета;

в) песок (2-й сорт), цвет белый, без включений;

г) песок (2-й сорт), цвет красно-коричневый, отмечаются цементированные глинистые включения красно-коричневого цвета;

д) песок, цвет буро-зеленый, отмечается значительное содержание цементированных глиной включений размером до 30 мм.

В таблице 1.4 приведен гранулометрический состав всех применяемых песков Яковлевского песчаного карьера.

Таблица 1.4 – Зерновой состав песков Яковлевского песчаного карьера

№ проб	Содержание грубозернистых примесей, %	Остатки на ситах, %	Гранулометрический состав						Модуль крупности
			Размеры сит, мм						
			2,5	1,25	0,63	0,315	0,16	<0,16	
1	0,5	Частные	3,40	0,99	4,03	26,23	58,24	5,96	1,1
		Полные	3,90	4,39	8,41	34,65	92,88	98,84	
2	-	Частные	0,16	0,08	3036	3,87	90,89	0	<1
		Полные	0,16	0,24	3,60	7,47	98,37	98,37	
3	-	Частные	0,06	0,37	0,22	0,48	74,71	22,67	<1
		Полные	0,06	0,43	0,65	1,13	75,83	98,50	
4	10	Частные	10,94	3,21	3,99	13,56	55,89	1,16	<1
		Полные	20,94	24,1	28,14	41,7	97,5	98,76	
5	-	Частные	0,06	0,44	0,37	1,93	88,35	7,12	<1
		Полные	0,06	0,49	0,87	2,80	91,1	98,27	

На рисунках 1.4 и 1.5 изображены графики зернового состава песков по частным и полным остаткам [35]. Следует отметить, что пески Яковлевского карьера очень мелкие и высоко дисперсные, использование которых приводит к перерасходу цемента, что отрицательно отражается на экономике. Колоссальный перерасход портландцемента обусловлен применением мелкодисперсных песков Яковлевского карьера. Также использование мелкодисперсных песков в составе закладочной смеси повышает риск создания неоднородного закладочного массива, что отражается на прочностных показателях.

Яковлевский ГОК в 2010 г. запуская пробную технологическую линию по устройству твердеющей закладки с применением в составе закладочной смеси щебня в качестве крупного заполнителя. Образцы закладки показали достаточно высокую прочность 6 – 8 МПа [34-36]. Технологическая линия устройства твердеющей закладки с использованием в составе в качестве крупного заполнителя щебня из-за ряда экономических причин не утвердилась и была переведена в разряд резервных.

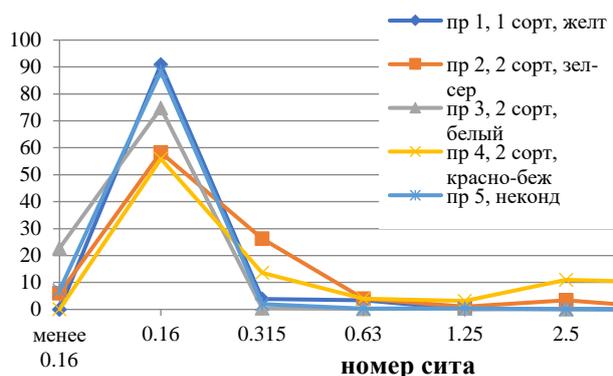


Рисунок 1.4 – Графики зернового состава песков (по частным остаткам)

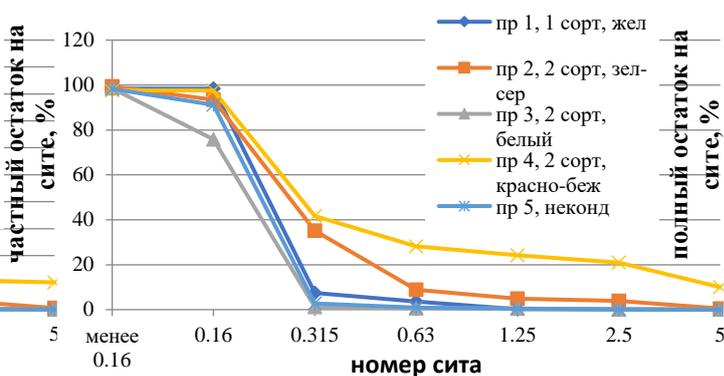


Рисунок 1.5 – Графики зернового состава песков (по полным остаткам)

На Яковлевском ГОКе в «Технологическом регламенте» производственного процесса по созданию закладочного массива [36] отсутствуют следующие технологические операции: подбор наиболее целесообразных составов закладочных растворов с целью рационального использования портландцемента; предварительное перемешивание сухих растворных смесей. Из-за отсутствия этих технологических операций полученный закладочный массив обладает пониженной расчетной прочностью.

К настоящему времени на различных рудниках накоплен значительный опыт применения закладочных смесей с портландцементом (таблица 1.5) при добыче различных полезных ископаемых [22-41]:

- рудник «Маяк» (Норильск) – добыча сульфидных руд с применением системы твердеющей закладки [5, 24];
- Текелийский рудник (г. Алматы) – добыча углисто-глинистых, углистых и углисто-известковых сланцев [5, 27];
- Зырновский рудник (Алтай) – добыча сульфидных руд с мощностью 2-20 м и углом падения до 75⁰, с опасными горно-геологическими условиями [5, 34];

Таблица 1.5 – Составы закладочных смесей с цементной вяжущей добавкой

Рудник / месторождение	Состав (1 м ³), кг						Другое	Нормативная прочность σ _{сж} (28 сут), МПа	Расположение
	ПЩ	КП	Щ	В	Глина				
Рудник «Маяк»	330 (М400)	1400		375-400	-		-	4,5-5	г. Норильск
Текелийский рудник (закрыт в 1990 г.)	250 (М400)	1000	910	300-340	-		-	8-12	г. Алмата
	70-100 (М400)	-	-	350-400	900-1300		-	0,5-1,5	
Обогатительная фабрика «Алтай»	102-160 (М300)	2100-2320		350-500	-		-	4-5	-
Яковлевский ГОК	400-1000	1000-1600	-	350-400	-		-	4	Белгородская обл., 2020 г.
Тишинский рудник	360-475	-	380	468-562	-		Хвосты обогащения – 716- 1110	10-14	г. Риддер
Джезказганские руд- ники	120 (М400)	-	-	300-450	-		Зола ТЭЦ – 280; Порода – 1100; Хвосты – 300	4-8	Казахстан, г. Жезказган
Риддер-Сокольный рудник	140 (М400)	-	-	510	-		Хвосты обогащения – 1195 Хим. добавки – Pozzolith MR 55	4-5	г. Риддер
Орловский рудник	250 (М300)	-	-	520	-		Хвосты обогащения – 1290; Порода – 220	2-4	г. Злагоуст
Рудник «Северный»	165 (М300)	1180	-	400	-		-	1-7	г. Липецк
Рудники «Ожел Бялы» им. Мархлевского	160 (М250)	500	-	150	-		Доломит – 970; Отходы производства	4-5	Польша
Рудник «Олемиска»	100 (М400)	1200	-	350	-		Хвосты обогащения - 200	5-6	Канада
Рудник «Косако» (закрыт в 2002 г.)	230 (М400)	-	-	350	-		Хвосты обогащения – 400; Доменный шлак - 400	3-4	Япония
Рудник «Кэмпбелл Чибугама»	200 (М400)	2000		300-450	-		Хвосты обогащения – 500	3-5	Канада
Рудник «Бункер Хилл»	330 (М300)	1400		375-400	-		-	3,5-4	США, Айдахо
Рудник «Оуткумпу» (закрыт в 1980 году)	125 (М400)	Не установле- но		170	-		-	3	Финляндия

- Тищинский рудник (г. Риддер, Казахстан) – добыча полиметаллических руд камерным методом [5, 22];
- Орловский рудник (г. Орёл) – добыча полиметаллических руд [34];
- рудник «Северный (Мурманская область) – добыча сульфидных медно-никелевых руд [37];
- Джезказганский рудник (Республика Казахстан) – добыча рудных тел с большим содержанием меди [34, 38];
- Риддер-Сокольный рудник (Казахстан) – добыча металлических руд [5, 34];
- рудник Косако (Япония) – добыча металлических руд [39-41].

Проектирование закладочных смесей для устройства закладочного массива в пространстве шахты ведется индивидуально для определённых горно-геологических условий. Свойства рудных ископаемых напрямую влияют на применение того или иного материала в составе композиционной закладочной смеси. В практике, при проектировании комплексов с цементной вяжущей добавкой, для выгодного экономико-финансового технологического производства линии добычи полезных ископаемых, наибольшее внимание обращено к местным материалам (местный песок, отходы производства горнообработывающих и горно-обогатительных комбинатов, местный щебень и гравий, отходы промышленности и др.).

Учитывая стоимость закладочного массива на основе портландцемента, все реже находят свое применения на рудниках Российской Федерации составы с цементной вяжущей добавкой, что объясняется их высокой стоимостью. Тем не менее, закладочные смеси на основе цементного вяжущего применяются на рудниках с малоустойчивыми, мягкими и пониженной прочности породами, а также на тех рудниках, где не имеется возможности ввести в эксплуатацию отходы производства, отвечающие требованиям структурообразования закладочной смеси.

1.2.2 Составы со шлаковой вяжущей добавкой

Составы твердеющей закладки с шлаковой вяжущей добавкой стали активно применяться в горнодобывающем комплексе. Благодаря снижению затрат на материалы, применяемых в закладочных смесях, твердеющая закладка снижает свою стоимость в 2 раза, что определяет высокий экономический эффект производства закладочного состава. Утилизация отходов производства в подземном пространстве – это один из положительных моментов внедрения шлакового вяжущего в состав закладочных смесей.

На протяжении длительного времени накоплен определенный опыт использования шлаков черной и цветной металлургии при создании закладочных смесей на различных рудниках:

- рудник «Первомайский» (г. Карабаш, Челябинская область) – добыча полиметаллических руд [5];
- Гайский рудник (г. Гай, Оренбургская область) – добыча медно-колчеданных руд [5, 34, 40];
- рудник Запорожского железорудного комбината (г. Запорожье) – добыча железистых кварцитов и сланцев [5, 27, 41, 42];
- рудник Норильского комбината (г. Норильск) – добыча сульфидных руд [34, 43];
- Красногвардейский рудник (г. Красноуральск) – добыча железных руд [34, 44];
- шахта «Магнетитовая» (г. Нижний Тагил) – добыча железных руд [34];
- предприятие «ВостГМК» (Днепропетровская область) – добыча железных руд [34, 45].

Сравнительный анализ составов твердеющих закладок с комплексами шлаковых вяжущих добавок приведен в таблице 1.6.

Таблица 1.6 – Составы закладочных смесей со шлаковой вяжущей добавкой

Рудник / месторождение	Состав (1 м ³), кг						Нормативная прочность σ _{сж} (28 сут), МПа	Расположение
	Шлак	КП	Щ	В	Глина	Другое		
Первомайский рудник	400	1200	-	350-370	-	Гипс – 20	5-12	г. Карабаш, Челябинская область
Запорожский железорудный комбинат	400	1270	-	350-400	-	Портландцемент (М400) - 50	4-7	г. Запорожье
	450	-	-	350-400	-	Инертный заполнитель с добавлением пород – 500 Отходы флюса - 1050	6-7	
Гайский рудник	360	1260	-	360-400	30% от песка	Портландцемент (М400) - 40	5-6	г. Гай, Оренбургская область
Норильский ГМК	280-320	800	600	370-400	-	Портландцемент (М300) – 100-120 Ангидрит молотый – 180-220	2-4,5	г. Норильск, Красноярский край
Красногвардейский рудник (заброшен)	1200	-	-	450	-	Портландцемент (М400) – 90	3-4	г. Красноуральск, Свердловская область
Ярегский горно-химический комплекс	200-370	-	-	400	-	Портландцемент (М400) – 30-200 Хвосты обогащения - 1200	1,7-7	г. Железногорск, Красноярский край
	200-370	1200	-	400	-	Портландцемент (М400) – 30-200	1,7-7	
	200-370	-	300	400	-	Портландцемент (М400) – 30-200 Хвосты обогащения - 900	1,5-6,3	
	370	935	300	400	-	-	1,8-7,3	
Малеевский рудник	280	-	-	350-390	-	Инертный заполнитель с добавлением пород – 1125 Портландцемент (М400) – 70	2,5-4	г. Алтай
Уроновыи рудники «ВостГок»	200-300	650-750	-	300-400	-	Инертный заполнитель с добавлением пород – 750	3-5	Украина, г. Желтые Воды
Шахта «Магнетитовая»	360	-	-	300-400	-	Портландцемент (М300) – 40-65 Известняк – 600 Хвосты МОФ - 600	3-6	г. Нижний Тагил

Применение в технологическом процессе, при добыче полезных ископаемых подземным методом, составов твердеющей закладки на основе шлакового вяжущего экономически целесообразно. Закладочные смеси на гранулированном шлаке в 2, а то и в 3 раза дешевле закладочных смесей на основе портландцемента. Однако следует отметить, что приготовление закладочных смесей на шлаковом вяжущем – это наиболее трудоемкий процесс, который требует значительных усилий как в количественном подборе массы сырьевых компонентов, так и в качественной сортировке составляющих.

1.2.3 Составы химического закрепления массива

Закладочные составы на основе химического закрепления массива не нашли широкого применения в горнодобывающем производстве, так как основываются на химических процессах, происходящих только при применении в составе определенного сырья.

Проведя сравнительный анализ твердеющих закладочных комплексов с химическим закреплением массива, следует отметить, что при наборе прочности закладочная смесь сильно разогревается (до 200-250 °С). Поэтому их применение не рекомендуется в шахтах по добыче каменного угля или рудниках с вторичным сырьем, имеющим низкие огнеупорные характеристики.

Химические реакции при твердении активно протекают не только в толще смеси, но и на границе сопряжения раствора и горных пород, поэтому прочность твердеющих закладочных комплексов с химическим закреплением массива крайне высока.

Как известно в Российской Федерации не ведется применение твердеющих закладок с химическим закреплением массива. Существует успешный опыт внедрения составов химического закрепления массивов за рубежом [5, 29, 46-51].

Состав закладочной смеси рудника «Норанда» (Канада) – это отвалы и молотые гранулированные шлаки и хвосты обогащения. Гранулированные и отвалы имеют в своем составе: Fe – 36 %; SiO₂ – 38 %; Al₂O₃ – 6,5; CaO – 1,5 %; MgO – 1 %; S – 1,5 %. Хвосты обогащения представлены, %: пирротин – 56; нерастворимый осадок – 28-30; магнетит – 10; пирит – 6. Состав закладочной

смеси на основе химического закрепления массива: 72% – гранулированный шлак; 25% – отвальной шлак; 3% – пирротиновые хвосты обогащения [5, 29].

Закладочную смесь перемешивают в смесительных установках конвейерного типа, находящихся на закладочных горизонтах. Сырьевые компоненты доставляют на закладочный горизонт вагонами.

В процессе окисления закладочной смеси от трех недель до трех месяцев массив набирает прочность более 12 МПа [46, 47]. Окончательно затвердевший массив достаточно устойчив и может допускать боковые обнажения габаритами до 6×91 м и обнажения в горизонтальной плоскости не более 6×18 м. Важно, что обрушений за всю историю устройства твердеющей закладки не случилось.

На руднике «Квемонт» (Канада) производились работы по разработке сульфидных руд с применением системы твердеющей закладки на основе химического закрепления массивов. Благодаря высокому содержанию пирита и пирротина в составе применение такого вида твердеющей закладки стало актуальным и выгодным. Состав закладочной смеси включал смесь хвостов обогащения с высоким содержанием серы, гранулированного шлака, гравия и пустых пород. Проводя химический анализ хвостов обогащения, лаборатория рудника «Квемонт» определила, что содержание пирита равно 5%; пирротита – 45%; нерастворимого осадка – 30%; других компонентов – 20 % [47, 48]. Твердение закладочной смеси происходило около 9 месяцев. В течение этого времени закладочный массив набирал прочность до 95% от проектной. Нормативная прочность составляла 12 МПа.

В итоге, следует отметить, что к настоящему времени закладочные смеси с химическим закреплением массива не нашли широкого применения. Отличительной особенностью закладочных массивов на химическом закреплении являются их высокие прочностные характеристики, которые необходимы для подземной разработки на участках с неустойчивой геологической структурой залежей. Тем не менее, хоть данная область и находится на стадии стагнации, она обладает огромным потенциалом для развития и применения на территории РФ.

1.2.4 Многокомпонентные составы твердеющих закладок

Подбор вяжущих материалов для состава обуславливается не только прочностью и временем набора прочности будущего массива, но и количеством и стоимостью данного сырья. Отмечено большое количество патентов по составам закладочных смесей, в которых основным вяжущим компонентом выступали – гранулированные шлаки и хвосты обогащения [57, 58, 70-76, 79-85].

Для заполнения вертикальных горных выработок учеными КузГТУ [80] предложен состав твердеющей закладки, обеспечивающий сокращение трудозатрат при закладке, повышение прочностных характеристик и снижение стоимости массива. В закладочную смесь помимо горелых пород вводят активированный молотый граншлак, при соотношении компонентов смеси: молотый гранулированный шлак – 11-13%; горелые породы – 72-75%; фьюминговый шлак оловопроизводства гидроксида натрия – 1-1,5%; вода – 11-15%.

Зарегистрирован патент, в котором предложено использовать в качестве составляющих закладочной смеси только отходы производства ТЭЦ и негашёную кальциевую известь, в качестве активатора основной массы, при следующем процентном соотношении: совместно молотые до крупности 0,16 мм шлак ТЭЦ (22-42%) и зола ТЭЦ (4-14%), негашеная кальциевая известь первого сорта (18-29%) и вода (28-44%) [57].

Предложен состав твердеющей закладочной смеси [70] с следующими компонентами: молотый гранулированный доменной шлак (12%); отход обогащения мокрой магнитной сепарации (56,4%); молотая лежалая доломитовая мука (9,4%); суперпластификатор СП-1 (0,135%); вода. Прочностные характеристики образцов-кубов на сжатие указанных составов находятся в пределах 5,4 – 6 МПа.

Имеются патенты, в которых предложены составы с включением в них отходов мокрой магнитной сепарации, хвостов обогащения и гранулированных шлаков [70, 72, 73, 79, 86-89]. Существует информация, что замена портландцемента может производиться отходами выщелачивания хвостов обогащения [79, 86]. Предложенный состав обеспечивает прочность закладочного массива 2 МПа на 14 сут твердения.

Запатентован состав закладочной смеси, обеспечивающий утилизацию лежалых отходов производства, снижение расхода воды с улучшением реологических показателей и обеспечением необходимой нормативной прочности закладочного массива [71], содержащий следующие компоненты: кислый доменный гранулированный шлак – 49,8 %; отходы ММС – 49,8 %; суперпластификатор СП-1 – 0,4 %. Известен закладочный раствор [72] из следующих составляющих: вяжущее (молотый гранулированный кислый шлак III сорта) – 12%; наполнитель (отход обогащения мокрой магнитной сепарации) – 60%; молотый известняк – 10%; суперпластификатор СП-1 – 0,5%; вода – 18-23%. Применение данного решения позволяет полностью исключить дорогостоящий портландцемент и обеспечить высокие реологические и прочностные (6-8 МПа на 28 сут твердения).

Зарегистрирован патент [73] состава закладочной смеси, в который входят, мас. %: портландцемент – 4,85; молотый доменный граншлак – 12,1; шлаковый щебень – 10; ММС – 55; суперпластификатор СП-1 – 1,0; вода – 18 [73], это гарантирует прочность массива не менее 6 МПа, при лабораторных испытаниях образцов-кубов 7x7x7 см достигнуты прочностные показатели равные 7-8 МПа.

Имеется большое количество патентов, связанных с разработкой новых составов закладочных смесей на основе разных компонентов: обожжённых карбонатных и алюмосиликатных пород; аморфных осадков очистки промышленных сточных вод на основе сульфата кальция; галитовых отходов переработки калийных руд; магнезиальных цементов и др. [90-94]. Производство такой твердеющей закладки осуществляется на основе портландцемента, применяемого в качестве основного вяжущего, поэтому в патентах [91, 93, 94], для удешевления стоимости закладочного массива, использовались наполнители преимущественно из местных отходов производства.

Известен состав закладочной смеси [95], в котором для улучшения качественных характеристик массива ввели жидкое натриевое стекло (22%); цемент (1-2%); гипс (2%); флокулянт (0,004%); железную маргито-гематитовую руду (1%) и наполнители (72%). Наполнители: местные материалы – песок разных фракций, либо отходы производства (гранулированные шлаки, ММС, СМС и др.), а прочность закладочного массива при наборе прочности в течение 28 сут составляет 2-3 МПа.

Предложен состав закладочной смеси с вводом в нее аморфных осадков нейтрализации серной кислоты известняком [95-96], который отличается незначительным расходом портландцемента и достаточно высоким потреблением отходов производства, при соотношении компонентов: портландцемент – 4-7%; молотый гранулированный шлак (доменный) – 10-16,5 %; аморфные осадки нейтрализации серной кислоты известняком – 32-41%, обработанные водным раствором сульфата железа (III) $\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4$ – 1,2-2,0 %; вода – 33 %. Прочность на сжатие закладочного массива составляет 2-4 МПа, что удовлетворяет нормативным требованиям.

Состояние производства на многих рудниках в разных субъектах РФ свидетельствует, что перспективным и выгодным для приготовления закладочных смесей для выработанного пространства являются техногенные и природные некондиционные материалы: гранулированные шлаки разных производств, отходы мокрой магнитной сепарации (ММС), отходы обогащения руд (хвосты обогащения), отходы керамического производства, золы ТЭЦ, шламы, доломитовая мука, обожжённые горные породы и др., а также природные некондиционное сырьё (мелкодисперсные пески, вулканические пеплы, лессы и др.).

Подбор качественных и количественных составов закладочных смесей производится индивидуально для каждого горнодобывающего предприятия, в зависимости от горно-геологических условий, от наличия местных сырьевых материалов и вяжущих, а также наличием различных техногенных продуктов в данном регионе. Так как объемы подземных выработок значительны, необходим большой объем производства закладочных смесей, влекущий за собой высокую степень материально-технических затрат. Вышеизложенное свидетельствует о перспективности использования местного техногенного и природного некондиционного сырья с целью экономической целесообразности.

1.3 Материалы для приготовления твердеющих закладок

Применение различных материалов, удешевляющих производство закладочного массива в составе закладочной смеси, является всегда актуальным.

Анализируя состояние производства на многих рудниках в разных субъектах Российской Федерации установлено, что перспективным и выгодным для приготовления закладочного раствора становится применение в составе твердеющей закладки местных материалов и отходов производства: гранулированных шлаков разных производств, отходов мокрой магнитной сепарации (ММС), отходов обогащения руд (хвосты обогащения), отходы керамического производства, золы ТЭЦ, шлама, доломитовой муки, обожжённых горных пород и др. Исследованиями ученых [13, 14, 20, 22, 40] установлена возможность и целесообразность использования в качестве компонентов твердеющей закладки местных материалов для удешевления заполнения вырабатываемого подземного пространства.

Закладочные массивы в среднем должны удовлетворять основным эксплуатационным характеристикам: определенной плотности, нормативной прочности (3-12 МПа), равномерности распределения составных материалов, водопроницаемости, коррозионной стойкости, ударостойкости и др.

При разработке подземного пространства активно используется закладочная смесь с цементной вяжущей добавкой. Целесообразность использования портландцемента в качестве вяжущего компонента в составе твердеющей закладки доказана в ряде работ [23, 30, 37, 40].

В исследованиях Цыгалова М.Н., Требукова А.Л., Агошкова М.И., Сергеева А.А., Бронникова Д.М. указывалось на возможность ввода в состав вяжущего глины ($n\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot m\text{SiO}_2 \cdot z\text{H}_2\text{O}$) [5, 24-28, 30]. Пластичные добавки в виде глины будут снижать активность портландцемента, с одновременным уменьшением расхода вяжущего компонента.

В составе закладочной смеси снижение количества портландцемента возможно за счет использования молотых гранулированных шлаков. Установлено, что гранулированные шлаки разных видов имеют различные гидратационные характеристики [8, 10, 14, 16, 19, 29, 34]. Наиболее эффективными видами сырьевых материалов для создания композиционных вяжущих являются доменные и металлургические шлаки, а также золы ТЭЦ, обладающие способностью твердеть и образовывать массив прочностью до 20-30 МПа.

Исследованиями установлено, что интенсивный рост прочностных характеристик закладочного массива на основе молотой золы ТЭЦ наблюдается в период от 80 до 200 дней, а полный процесс гидратации длится порядка года. Сроки схватывания и прочностные характеристики напрямую зависят от гранулометрического состава зол. Например, при содержании частиц размером не более 74 мкм до 95% от массы сырья, прочность закладочной смеси может достигать до 10 МПа. Показатели прочности образцов на основе золы ТЭЦ не всегда зависят от гранулометрии сырья. Существует прямая зависимость химического состава и прочностных показателей.

Отдельно взятая зола ТЭЦ обладает невысокой активностью и редко может использоваться как индивидуальное вяжущее. Часто для создания новых составов твердеющей закладки применяют вяжущее на основе молотой золы ТЭЦ и портландцемента.

На рудниках многих стран ведется активное использование обожжённых хвостов обогащения в качестве основного вяжущего в составах твердеющих закладок [10, 14, 16, 28, 34]. Обожженные хвосты обогащения обладают достаточной активностью, но для полной активизации данного сырья в состав вяжущего нередко вводят активизирующие добавки в виде портландцемента, извести, гипса, цементной пыли. При подборе состава, с применением в качестве основного вида вяжущего – хвостов обогащения, закладочный массив на 28 сут твердения может обладать прочностью до 15 МПа.

В качестве вяжущих в твердеющей закладке может быть использовано два вида хвостов обогащения [5] – хвосты обогатительных фабрик цветной металлургии и железорудной промышленности, обладающие высокой дисперсностью. Минералогический состав хвостов железорудной промышленности включает: магнетит ($\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$) – 1%; гематит (Fe_2O_3) – 11%; гидроксиды – 3-5%; силикаты (Na_2SiO_3) – 13%; карбонаты (CaCO_3) – 2%; кварцит – 70%. Хвосты обогатительных фабрик цветной металлургии имеют следующий минералогический состав: галенит – 15%; церуссит (PbCO_3) – 3-5%; пирит (FeS_2) – 5-6%; сфалерит (ZnS) – 3% и другие минералы. В трудах [10, 12, 34] установлено, что минералогический состав хвостов обогащения фабрик цветной металлургии характеризуется меньшим удельным весом, чем минералогический состав хвостов железорудных обогатительных фабрик, что отражается на скорости оса-

ждения твердых частит, что требует обесшламливания, а хвосты железорудного производства можно использовать в чистом виде.

Отходы мокрой магнитной сепарации (шлам железорудный) очень схожи по минералогическому составу с слаборудными кварцитами, что позволяет их применять для создания различных строительных материалов автоклавного твердения [56].

Анализ литературы [57, 58] показал, что негашёная известь вводится в состав закладочного раствора только для активизации малоактивных вяжущих, так как массивы на основе чистого известкового вяжущего в течение 28 сут набирают прочность, не превосходящую 1,5-2 МПа.

Исследованиями Коровкина М.О. выявлено, что при добавление доломитовой муки в портландцемент (М500) снижается прочность цементного камня [59].

Имеются исследования о вводе в закладочную смесь гипсовых вяжущих [5, 8, 34], они необходимы в составе закладочной смеси не только для регулирования сроков схватывания, но и для активизации малоактивных вяжущих и корректировки технических характеристик продукта. Положительная роль гипса в составе вяжущего отмечена во многих исследованиях отечественных и зарубежных ученых [59-64].

Правильный подбор заполнителя во многом обуславливает физико-механические и физико-химические характеристики получаемого закладочного массива. Каждый сырьевой материал оказывает индивидуальное внимание на формирование свойств закладочного массива. Дисперсность песка напрямую влияет на прочностные характеристики закладочного массива. Идеальным для твердеющей закладки считается песок с содержанием глинистых частиц 12-20% и плотностью 1,5-1,6 т/м³. Содержание пылеватых и глинистых частиц в заполнителе оказывают положительное воздействие на реологические свойства и транспортировку по трубопроводам закладочной смеси.

Крупный заполнитель (гравий, щебень) реже вводится в состав закладочных смесей. Приготовление твердеющей закладки с крупным заполнителем производится со строгим соблюдением всех технологических правил. Опираясь на реологические требования закладочного материала, исследованиями определено [28, 36, 65, 66], что доставка закладочной смеси, в состав которой входит щебень, с дневной поверхности на закладочный горизонт будет проходить намного пробле-

матичней, чем закладочной смеси без крупного заполнителя, так как высока вероятность закупоривания подающих трубопроводов.

Следует отметить, что одним из обязательных сырьевых материалов в закладочных растворах является вода. Перед вводом в сухую смесь воды ее нередко активируют [20, 21, 67, 68]. Активация позволяет повышать прочность массива до 15-20%, увеличивать плотность смеси, уменьшать расход цемента от 30 до 50 кг/м³, снижать до 15% расход воды, а также сохранять все реологические свойства закладочной смеси, что немаловажно для активной транспортировки раствора по трубопроводу на закладочный горизонт.

Для обеспечения реологических требований в состав закладочной смеси вводят пластификаторы, увеличивающие прочность массива и улучшающие транспортабельность и удобоукладываемость раствора [15, 18, 19, 69-78]. Активное пластифицирующее воздействие на закладку оказывает гидролизованная кремнеорганическая жидкость (ГКЖ-10), являющаяся побочным продуктом кремнеорганического синтеза [30]. Пластификаторы в составе закладочных смесей уменьшают расход вяжущего до 15%, предотвращают расслаивание, обеспечивают необходимые реологические характеристики, позволяют отказаться от обработки укладываемой смеси вибрацией, улучшают адгезию с арматурой, снижают содержание воды.

Установлено, что замена портландцемента гранулированными шлаками позволяет удешевить стоимость производства закладочной смеси, упростить технологическую схему закладки и обеспечить необходимую прочность закладочного массива [4, 27, 29, 31, 39-41], но различие горно-геологических условий каждого разрабатываемого месторождения требует создания индивидуальных условий для выполнения закладочных работ.

1.4 Влияние заполнителей на физико-механические характеристики закладочных смесей

Важной и одной из главной составляющих любого состава твердеющей закладки является наличие заполнителей, оказывающие существенное воздействие на будущие свойства, прочностные характеристики закладочного массива и их

стоимость. От вида и качества используемого заполнителя зависят физико-механические и физико-химические характеристики закладочного массива.

При подборе заполнителей для твердеющего закладочного комплекса принципиальным критерием является определение гранулометрического состава материала. Ситовый состав заполнителей для закладки характеризуется большим разбросом фракций – размер частиц составляет от 0,050 до 5 мм, в зависимости от используемого материала. Характерные фракционные составы для кварцевого песка находятся в границах от $\leq 0,14$ до ≤ 5 мм; для отходов производств (шлаки, хвосты обогащения и другие) – от $\leq 0,050$ – $\leq 0,63$ мм; для шахтных отвалов, природных пород карьеров и зон обрушения – от $\leq 0,050$ мм до ≤ 5 мм [5, 97]. На рисунке 1.6 изображен график среднестатистической зависимости содержания тонких фракций от их крупности для кварцевого песка и хвостов обогатительных фабрик по странам СНГ. Исследования показывают, что применение заполнителей с содержанием класса $\leq 0,050$ мм более 30-35% препятствует созданию плотного и устойчивого закладочного массива [5, 8, 12], из графика видно, что фракционный состав отходов производства в несколько раз меньше, чем природного кварцевого песка.

Для твердеющей закладки важной характеристикой является реология смеси, зависящая от состава, гранулометрии и формы зерен заполнителя. В действительности добиться максимальных значений плотности и реологических показателей смеси очень сложно, потому что при улучшении реологии за счет использования заполнителя с шарообразными зернами падает прочность закладочного массива, а при повышении прочностных показателей за счет применения заполнителя с зернами разной формы и размерности падают реологические характеристики смеси. Поэтому при проектировании закладочных смесей приходится подбирать заполнитель с требуемыми показателями.

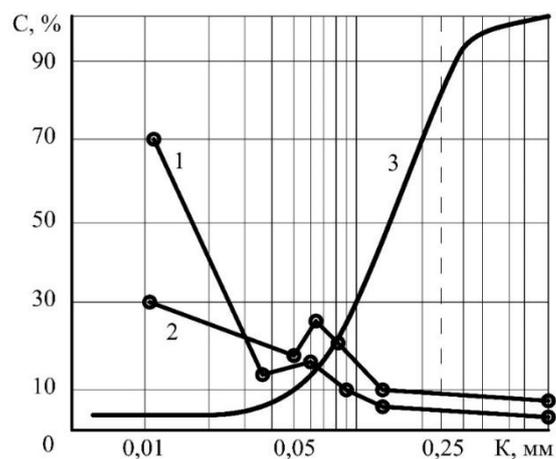


Рисунок 1.6 – График зависимости содержания тонких фракций от крупности для
 1 – необесшламленных хвостов обогащения;
 2 – обесшламленных хвостов обогащения;
 3 – кварцевого песка

При приготовлении закладочных смесей для улучшения их реологических характеристик добавляются глины, с целью повышения реологических показателей и обеспечения необходимой подвижности смеси для бесперебойной подачи ее по трубопроводу [9, 18, 24, 34, 98].

Для твердеющей закладки из хвостов обогащения руд преобладающим показателем является время осаждения твердых фракций, который определяет прочность закладочного массива. Хвосты обогатительных фабрик подразделяются на два вида – хвосты железорудной промышленности и цветной металлургии. Проведенные научные исследования показывают, что хвосты железорудных обогатительных фабрик обладают большей скоростью осаждения твердых фракций, а значит обладают высокой гидравлической активностью, чем хвосты обогащения цветной металлургии [5, 24, 42, 58, 79, 86]. Следовательно, существует возможность привлечения хвостов обогащения железорудных обогатительных фабрик в качестве самостоятельной сухой смеси для приготовления закладочного раствора, а для хвостов цветной металлургии целесообразно добавление коагулирующих агентов, способствующих увеличению скорости осаждения твердой фракции.

Анализ опыта приготовления твердеющих закладок на разных рудниках РФ и зарубежья дает определенные знания о подборе оптимального состава закладочной смеси с необходимыми реологическими параметрами [9, 12-20, 35, 38, 62, 65, 99, 100]. Для достижения данных параметров необходимо вводить специальные пластифицирующие добавки в композиционный раствор или повышать водовязущее отношение закладочной смеси. Существует разработка комплексов твердеющей закладки и технологий закладочных работ, которая производится в направлении удаления избыточной воды из закладочного массива за счет фильтрационной способности закладочного состава [5, 10, 22, 28, 97].

Важной характеристикой, напрямую влияющей на прочность закладочного массива, при условно одинаковом составе вяжущего вещества есть пористость заполнителей, которая зависит от гранулометрического состава. При наборе прочности массива пористость уложенного массива изменяется во времени, так как осуществляется замещение воды твердыми частицами.

Необходимо упомянуть об усадке закладочных массивов, созданных из отходов производств. Такие массивы отличаются непостоянством показателей усадки по всему объему тела, поэтому перед применением какого-либо материала в качестве заполнителя закладочной смеси следует изучить исходные характеристики и провести лабораторные исследования всех компонентов. Коэффициенты усадки закладочных массивов из обесшламленных и необесшламленных хвостов обогатительных фабрик практически идентичны (осадка стандартного конуса равна 8-10 см) [5]. С увеличением нагрузки до 0,5 МПа на закладочный массив при наборе прочности усадка закладочных массивов с разными компонентными составами увеличивается на 0,5-1,5 %.

Устойчивость и целостность закладочной смеси при твердении закладочного массива обеспечивается удерживающими силами, противодействующими силам тяжести. Актуальным аспектом в процессе набора прочности закладочного массива можно выделить зависимость удерживающих капиллярных сил и сил трения от пористости заполнителя в закладке. Поры между частицами в закладочном массиве образуются неправильной формы в виде изогнутых каналов. Размеры пор обусловлены гранулометрическим составом заполнителя и тонкостью измельчения, а также гидравлической активностью вяжущего.

Таким образом, различные заполнители в зависимости от своего происхождения природного или техногенного, имеющие различные минералогические, гранулометрические составы, оказывают существенное влияние на качественные характеристики сформированного закладочного массива и его долговечность. Подбор и использование того и иного заполнителя в каждом отдельном случае при создании закладочных массивов строго индивидуален и зависит от качественных характеристик используемых сырьевых материалов и горно-геологических условий данного месторождения, а также перспектив разработки подземных пространств.

1.5 Технологические требования при создании закладочного массива в горных выработках

Основные требования к ЗМ представлены на рисунке 1.7. Следует отметить, что основой выполнения требования к ЗМ является исполнение технологических требований при приготовлении ЗС.

Согласно регламенту технологического производственного процесса ООО «Корпанга» [36], нормативным документам [121] к ЗС предъявляются определенные технологические требования. Так, по общепринятой практике, расход компонентов состава на 1 м³ ЗС вычисляется по методу абсолютных объемов, где сумма абсолютных объемов исходных материалов равна единице (формула (5.1) [121]). Коэффициент потерь закладочной смеси принимается с учетом планируемого объема испытаний и находится в границах 1,0-1,2.

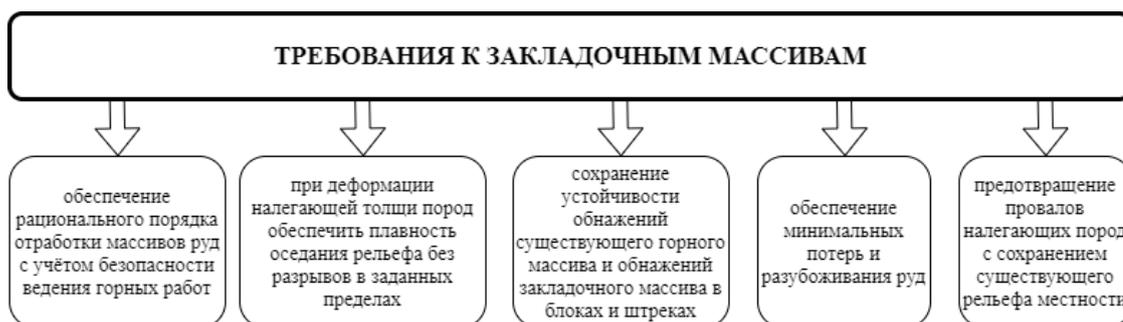


Рисунок 1.7 – Требования к закладочным массивам

Подбор компонентных составов ЗС на объекте осуществляется на основе проектной документации и технологических карт, в которых содержится информация о нормативной и марочной прочностях массива. После подбора компонентных составов проводятся испытания образцов-кубов твердеющей закладки (определение марочной прочности) в возрасте 2, 28, 180 сут. Показатели кубиковой и фактической прочностей должны удовлетворять требованиям проектной документации. С целью установления кубиковой прочности производится отбор проб и формование образцов-кубов в процессе приготовления закладочных смесей, а с целью установлений фактической прочности выпиливаются керны из готового закладочного массива. Технологические требования к закладочным смесям представлены на рисунке 1.8.

В процессе разработки составов ЗС необходим учет изменчивости физико-механических свойств доменных шлаков и кварцевых песков из-за колебаний и нестабильности химического и минералогического составов. Вариативность прочностных характеристик заполнителей последовательно устанавливает вариативность водовяжущего отношения системы, что оказывает влияние на физико-механические свойства ЗМ.

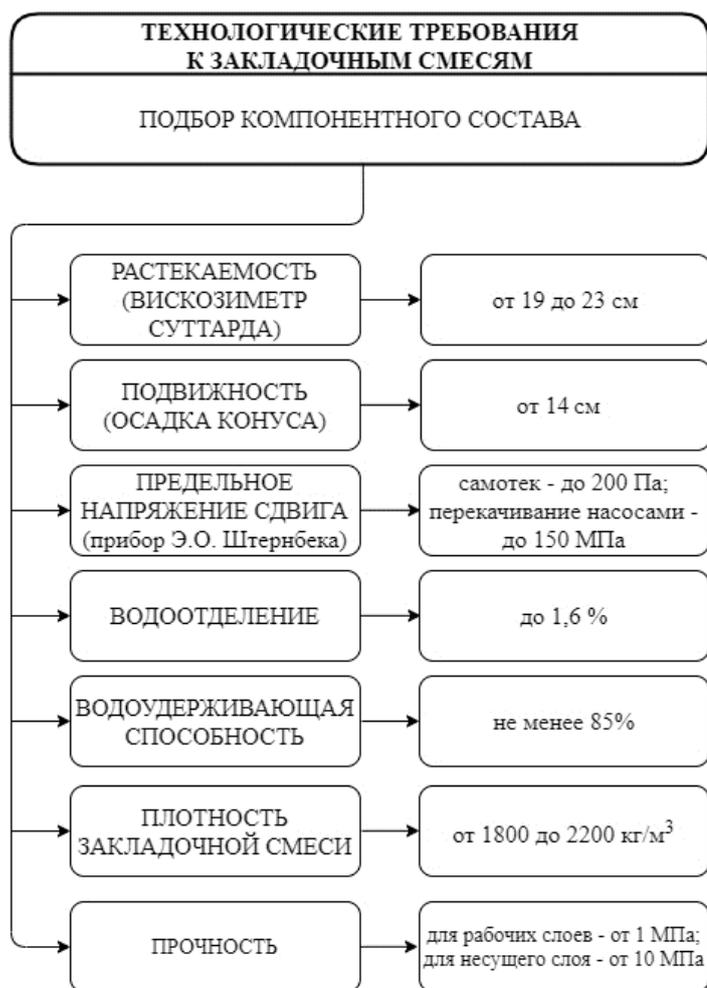


Рисунок 1.8 –Технологические требования к закладочным смесям

Твердеющие закладки подразделяются по маркам прочности от М10 до М100. В зависимости от геологической ситуации разрабатываемого участка нормативная прочность закладки в рабочих слоях (1-9 слой) должна составлять не менее 4 МПа, а в наиболее опасных сейсмических участках – не менее 10,0 МПа. Прочностные характеристики на сжатие закладочных массивов к моменту обнажения сбоку смежной выработкой должны составлять не менее 1,0 МПа. Для возможности перехода рудника на слоевую систему разработки с выемкой запасов

заходками ромбовидной формы, нормативная прочность закладки в «0» слое должна быть не менее 1,0 МПа.

С целью компенсации чрезмерных изгибающих нагрузок и негативного влияния слоистости частей ЗМ на объекте подземных выработок ООО «Корпанга» предусматривается армирование стальной горячекатаной арматурой классов А I (А 240) или А II (А 300) $D \geq 10$ мм по ГОСТ 5781-82 [173] и дорожной сеткой с ячейкой 100x100 мм и $D \geq 4$ мм по ГОСТ 23279-2012 [174]. Горизонтальный арматурный каркас монтируется с шагом не более 1 м и нахлестом ≥ 250 мм, полосы сварной сетки укладываются на горизонтальную поперечную распределительную арматуру с нахлестом ≥ 100 мм. При этом длина вертикальной части анкера для слоя «0» должна быть $\geq 2,8$ м, для рабочего слоя $\geq 2,4$ м, а их количество в ряду вычисляется по формуле (1.1) и должно быть ≥ 4 штук на слое «0» и ≥ 5 штук на рабочем слое.

$$N = \frac{a-2 \times l}{b} + 1, \quad (1.1)$$

где a – ширина выработки, м; l – максимальное расстояние между крайними бортом и стержнем выработки, $l=0,6$ м; b – максимальное расстояние между стержнями в ряду, м.

Выполнение технологических требований при приготовлении закладочных смесей – не всегда гарантия качества закладочного массива, так как постоянно необходимо осуществлять технологический надзор за качеством используемых материалов. В связи с нестабильностью физико-механических свойств, химического и минералогического составов, гранулометрии используемых материалов возможна корректировка составов с целью соблюдения технологических требований закладочных смесей.

1.6 Выводы по главе 1

1. Анализ многолетних исследований технологии добычи руд черных и цветных металлов показывает, что около 30-35% сырья добывается подземным способом. Высокоэффективные технологии и современное оборудование позволяет вести работы на зна-

чительной глубине с высокой производительностью забойного рабочего. При разработке месторождений подземным способом руд черных и цветных металлов широко зарекомендовали себя системы с *твердеющей закладкой*. Особенности устройства твердеющей закладки обуславливаются наличием местных строительных материалов, обладающих разными свойствами и различными минералогическим и химическим составами.

2. При проектировании состава твердеющей закладочной смеси необходимо обратить внимание на следующие факторы, которые напрямую будут влиять на свойства будущего материала: качественные характеристики сырьевых материалов, гранулометрический состав и вид заполнителя; расход воды; технологический способ приготовления и доставки; условия твердения; динамика набора прочности. Основное требование к твердеющей закладке – нераслаиваемость во время транспортировки и производстве работ по укладке, т.к. раслаиваемость влияет на неравномерное распределение смеси, неоднородность закладочного массива и на понижение прочности твердеющей закладки.

3. Перспективным направлением научных исследований материаловедения в области горнодобывающей промышленности является разработка и создание нового технологически оправданного закладочного состава системы твердеющей закладки, который будет выгодно отличаться высокой прочностью, низкой стоимостью приготовления и производства работ, а также будет обеспечивать безопасные условия разработки подземного пространства с максимальным объемом выработки и минимизацией разубоживания полезных ископаемых.

4. Яковлевский ГОК (Белгородская область, п. Яковлево) ведет разработку железной руды из подземных шахт. Основным вяжущим материалом в технологии изготовления закладочного массива является портландцемент марок М500, М600, расход которого достигает 50%. Состав закладочной смеси на Яковлевском ГОКе весьма невыгоден из-за значительного расхода дорогостоящего портландцемента. Нормативная прочность закладочного массива в возрасте 28 сут должна составлять 4 МПа.

5. Пески Яковлевского карьера очень мелкие и высоко дисперсные, использование которых приводит к перерасходу цемента, что отрицательно отражается на экономике. Кроме того, использование мелкодисперсных песков в составе закладочной смеси повышает риск создания неоднородного закладочного массива, что отражается на прочностных показателях.

На Яковлевском ГОКе в «Технологическом регламенте» производственного процесса по созданию закладочного массива назначен высокий расход портландцемента, а также отсутствует технологическая операция по предварительному перемешиванию сухих растворных смесей, вследствие чего создаваемый закладочный массив обладает пониженной прочностью, вследствие слоистости закладываемых растворов.

6. Проектирование закладочных смесей для устройства закладочного массива в пространствах шахт ведется индивидуально для каждого рудника с учетом определённых горно-геологических условий.

7. Применение в составах твердеющих закладок на основе шлакового вяжущего экономически целесообразно. Закладочные смеси на гранулированном шлаке в 2, а то и в 3 раза дешевле закладочных смесей на основе портландцемента. Однако следует отметить, что приготовление закладочных смесей на шлаковом вяжущем – это наиболее трудоемкий процесс, который требует значительных усилий как в количественном подборе массы сырьевых компонентов, так и в качественной сортировке составляющих.

8. Анализ состояния производства на многих рудниках Российской Федерации установил, что перспективно и выгодно приготовление закладочных растворов с использованием в составе твердеющей закладки местных материалов и отходов производства: гранулированных шлаков разных производств, отходов мокрой магнитной сепарации, отходов обогащения руд и керамического производства, золы ТЭЦ, различных шламов, доломитовой муки, обожжённых горных пород и др.

9. Подбор составов для закладочного массива – это сложный процесс, требующий значительных трудозатрат, связанных с сырьевыми материалами их свойствами, строгое обеспечение технологических свойств и конечных физико-механических показателей затвердевших массивов. Каждый сырьевой компонент оказывает индивидуальное влияние на формирование свойств закладочного массива. Дисперсность песка оказывает большое влияние на прочность закладочного массива. Различные заполнители природного или техногенного происхождения, обладающие различным химическим, минералогическим, гранулометрическим составами, оказывают существенное влияние на качественные характеристики сформированного закладочного массива и его долговечность.

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Характеристика применяемых материалов

Выбор материальной базы при научно-исследовательской деятельности производился на основании принципов доступности и экономичности с целью достижения готовой продукцией необходимых качественных, физико-механических и стоимостных характеристик.

Портландцемент. В процессе исследований применяли портландцемент ЦЕМ 0 ГОСТ 31108-2020 «Цементы общестроительные. Технические условия» производителя ЗАО «Белгородский цемент». Основные показатели портландцемента определялись в соответствии с ГОСТ [101-105]. Показатели качества и пределы их варьирования портландцемента ЦЕМ 0 приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Строительно-технические характеристики, химический и минералогический состав портландцемента

Показатель		Значение					
Удельная поверхность, м ² /кг		330					
Нормальная густота, %		26					
Сроки схватывания, мин							
начало		150					
конец		260					
Удельная поверхность, м ² /кг		330					
Активность в возрасте 2 сут, МПа		21,0 ± 0,9					
Активность в возрасте 28 сут, МПа		52,4 ± 1,7					
Химический состав, мас. %:							
CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	K ₂ O
67,6 ± 0,40	20,7 ± 0,3	5,46 ± 0,1	3,5 ± 0,1	1,43 ± 0,2	0,32 ± 0,06	0,28 ± 0,04	0,56 ± 0,06
Минералогический состав клинкера, мас. %:							
Трехкальциевый силикат (C ₃ S)		Двухкальциевый силикат (C ₂ S)		Трехкальциевый алюминат (C ₃ A)		Четырехкальциевый алюмоферит (C ₄ AF)	
59.0 ± 2		18.8 ± 2		7 ± 0.2		13.1 ± 0.25	

Кварцевый песок. Природный кварцевый песок песчаного карьера Яковлевского рудника желтого цвета с низким модулем крупности. В таблице 2.2 приведены результаты исследований зернового состава и модуля крупности применяемого кварцевого песка.

Таблица 2.2 – Зерновой состав кварцевого песка

Содержание грубозернистых примесей, %	Остатки на ситах, %	Гранулометрический состав						M _{кр}
		Размеры сит, мм						
		2,5	1,25	0,63	0,315	0,16	<0,16	
0,5	Частные	1,16	1,08	4,36	4,87	86,89	1,64	1,19
	Полные	1,16	2,24	6,60	11,47	98,36	100	

Согласно ГОСТ [106] применяемый кварцевый песок относится к группе песков «очень мелкий» с преобладающей фракцией 0,16 мм.

С целью изучения минералогического и химического составов выполнен рентгенофазовый анализ на рентгенофлуоресцентном спектрометре серии ARL 9900 WorkStation. Рентгенограмма применяемого кварцевого песка представлена на рисунке 2.1. Анализ рентгенограммы кварцевого песка свидетельствует о наличии в составе: *оксида кремния (кремнезем) в модификации β-кварца* с дифракционными максимумами ($d\text{\AA}=3,34; 4,26; 2,46; 2,28; 2,24; 2,13; 1,82; 1,67$); *низкотемпературной формы калиевого полевого шпата* $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ с слабовыраженными дифракционными максимумами ($d\text{\AA}=4,17; 3,77; 3,45; 3,22; 3,02$). В применяемом кварцевом песке отмечается незначительное содержание калиевого полевого шпата.

Кварцевый песок имеет однородный и стабильный химический состав с содержанием следующих химических элементов, масс. %: Si=93,77; Al=3,15; Fe=1,69; K=0,74; Ti=0,24; Mg=0,16; Ca=0,14; Na=0,11.

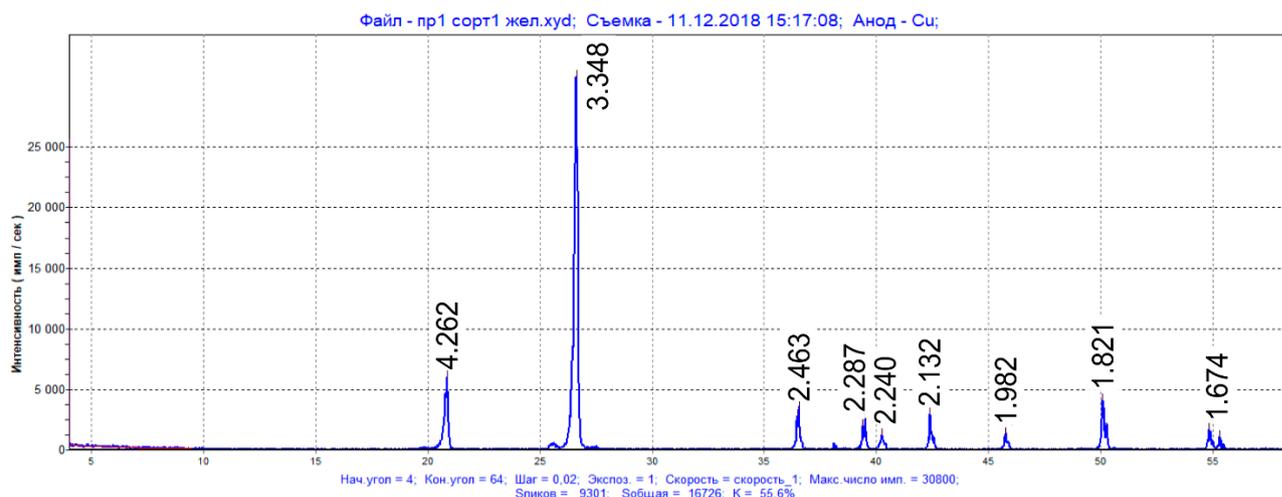


Рисунок 2.1 – Рентгенограмма кварцевого песка

Шлак доменный гранулированный. В работе применялся шлак доменный гранулированный производства ПАО «Северсталь» фракции $\leq 0,16-5$ мм. Зерновой со-

став шлака доменного гранулированного представлен в таблице 2.3. Определена гидравлическая активность исходных шлаков на поглощение CaO (таблица 2.3) с помощью ускоренного метода И.Д. Запорожца.

Таблица 2.3 – Зерновой состав шлака доменного гранулированного

Содержание грубозернистых примесей, %	Остатки на ситах, %	Гранулометрический состав Размеры сит, мм							M _{кр}	Активность по поглощению CaO (титрование), мг/г
		5,0	2,5	1,25	0,63	0,315	0,16	<0,16		
0,5	Частные	0	2,0	18,9	40,1	27,6	7,5	3,9	2,69	25
	Полные	0	2,0	20,9	61	88,6	96,1	100		

Применяемый шлак доменный гранулированный удовлетворяет требованиям ГОСТ [107]. Основные показатели и химический состав шлака доменного гранулированного приведены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Основные характеристики шлака доменного гранулированного

Основные характеристики								Показатель			
Насыпная плотность								900 кг/м ³			
Истинная плотность								2900 кг/м ³			
Морозостойкость								F150			
Марка по дробимости								M900			
Химический состав, мас. %:											
CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	S	MnO	SrO	другое
37,35 ±0,2	36,3 ±0,2	12,1 ±0,1	11,2 ±0,1	0,62 ±0,05	0,58 ±0,05	0,50 ±0,05	0,47 ±0,03	0,41 ±0,03	0,29 ±0,01	0,09 ±0,005	0,09

Минералогический состав шлака в подавляющей степени представлен аморфной фазой с явно выраженными дифракционными максимумами (рисунок 2.2). Рентгенограмма шлака свидетельствует о присутствии в составе минералов:

- 1) мелилит – непрерывная серия твердых растворов: геленита Ca₂·Al₂·SiO₇, окерманита Ca₂·MgSi₂·O₇ (2,896; 2,495; 1,800; 1,443; 1,408 Å);
- 2) монтичеллит – CaO·MgO·SiO₂ (4,19; 3,651; 2,623; 2,495; 1,800 Å);
- 3) окерманит – Ca₂·MgSi₂·O₇ (3,09; 2,896; 2,495; 1,928; 1,867; 1,665; 1,457 Å);
- 4) мервинит – 3CaO·MgO·2SiO₂ (2,896; 2,623; 2,29; 1,928; 1,867; 1,57 Å);
- 5) диопсид – CaO·MgO·2SiO₂ (3,09; 2,524; 2,518; 2,29 Å).

Согласно ГОСТ [107] и данным таблицы 2.4, для оценки вяжущей активности определены коэффициент качества, модуль основности и модуль активности шлака (формулы (2.1)-(2.3)). По коэффициенту качества K=1,50 шлак относится к 2-му сорту с модулем основности M₀=1,04. По требованиям при M₀≥1 шлак отно-

сится к основным; при модуле активности $M_a=0,31$ удовлетворяет требованиям $M_a \geq 0,25$ и относится к активным.

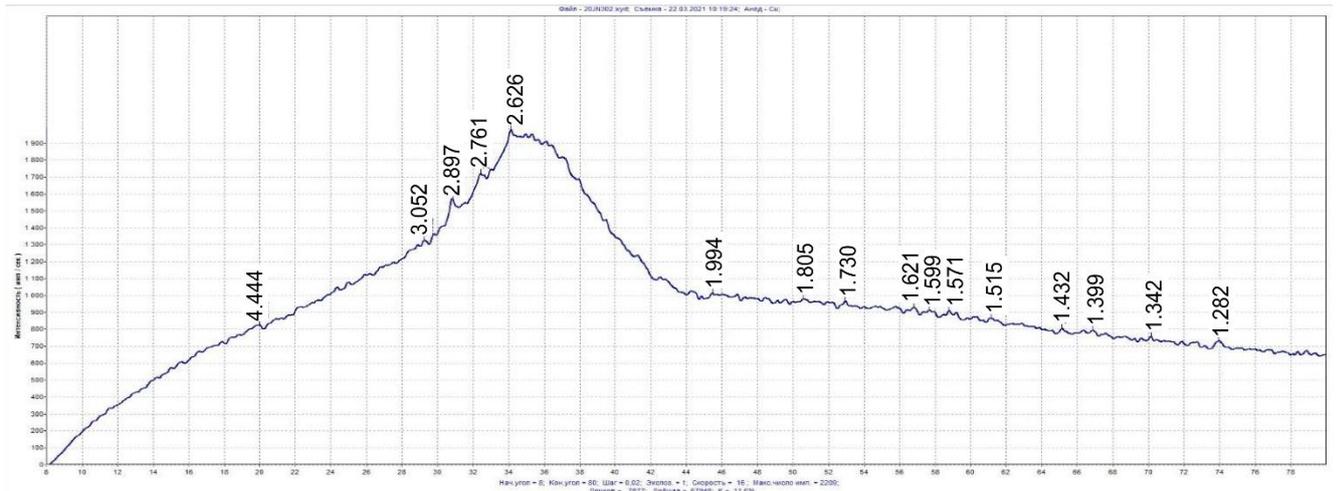


Рисунок 2.2 – Рентгенограмма шлака доменного гранулированного

Коэффициент качества шлака определен по формуле (2.1):

$$K = \frac{\%CaO + \%Al_2O_3 + 10}{\%SiO_2 + \%TiO_2 + \% (MgO - 10)}; \quad (2.1)$$

$$K = \frac{37,35 + 11,2 + 10}{36,3 + 0,58 + (12,1 - 10)} = 1,50.$$

Модуль основности шлака определен по формуле (2.2):

$$M_o = \frac{\%CaO + \%MgO}{\%SiO_2 + \%Al_2O_3}; \quad (2.2)$$

$$M_o = \frac{37,35 + 12,1}{36,3 + 11,2} = 1,04.$$

Модуль активности шлака определен по формуле (2.3):

$$M_a = \frac{\%Al_2O_3}{\%SiO_2}; \quad (2.3)$$

$$M_a = \frac{11,2}{36,3} = 0,31.$$

Вода. При проведении исследований использовали воду по ГОСТ [108], имеет показатель $pH=7,1$.

2.2 Оборудование и методы исследований

Лазерный дифракционный анализатор размера частиц Analysette 22 NanoTec plus использовали для анализа распределения частиц материалов по размеру (рисунок 2.3). Данный лазерный электронный микроскоп является эффективным прибором для определения размера частиц сухих порошков в диапазоне 0,01-2000 мкм. Благодаря технологии с использованием трех лазеров для прямого и обратного рассеивания, пяти диапазонов измерения без перенастройки оптики, практичной модульной системе, быстрому переходу между измерениями в жидкой и сухой средах, высокоскоростной очистке достигается качественная и эффективная работа лазерного дифракционного анализатора размера частиц Analysette 22 NanoTec plus [109].



Рисунок 2.3 – Лазерный анализатор размера частиц Analysette 22 NanoTec plus



Рисунок 2.4 - Рентгенофлуоресцентный спектрометр серии ARL 9900 WorkStation

На *рентгенофлуоресцентном спектрометре серии ARL 9900 WorkStation со встроенной системой дифракции* (рисунок 2.4) проводили рентгенофазовые исследования для определения элементного состава (метод рентгеновской флуоресценции XRF) и фазового состава (метод рентгеновской дифракции XRD) проб. Расшифровка дифрактограмм осуществлялась с использованием справочников [110-112].

Исследования микроструктуры и химического состава проб осуществляли на *электронном сканирующем микроскопе Tescan MIRA 3 LMU* (рисунок 2.5). Микроскоп Tescan MIRA 3 LMU позволяет получить изображения с высоким разрешением разноориентированных твердых образцов путем их сканирования тонко сфокусированным пучком электронов [113].



Рисунок 2.5 – Электронный сканирующий микроскоп Tescan MIRA 3 LMU



Рисунок 2.6 – Калориметр дифференциальный ToniCAL

В составе устройства электронного микроскопа Tescan MIRA 3 LMU установлены следующие детекторы, позволяющие получать изображения топографического контраста, реализовать режим сканирования просвечивающей электронной микроскопии, извлекать электронные виды различной контрастности в условиях вакуума и при малых расстояниях фокуса, а также проводить энергодисперсионный микроанализ [113].

Кинетику тепловыделения изучали на *дифференциальном калориметре ToniCAL модели 7338* (рисунок 2.6).

Определение удельной поверхности высокодисперсных материалов производили на приборе *ПСХ-10а* в соответствии с ГОСТ [103] (рисунок 2.7), принцип действия прибора основан на методе газопроницаемости Козени и Кармана. Определение удельной поверхности производится по принципу газопроницаемости материала в рабочей камере, с учетом фиксации уровня начального и конечного разрежения в рабочем объеме.

Измельчение материалов производили на трех видах помольных агрегатов: вибрационная мельница MB-20 (рисунок 2.8) [114, 115], вихревая струйная мельница ВСМ-01 (рисунок 2.9) [116], роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7 (рисунок 2.10) [117].

Вибрационная мельница MB-20 (рисунок 2.8) – устройство, состоящее из горизонтальной цилиндрической рабочей камеры (объем 20 л); эксцентрикового рабочего вала с дебалансами; шаров из стали, выполняющих функцию мелющих

тел; несущей рамы; защитного фартука. В результате кругового движения рабочего вала приводится в движение цилиндрическая рабочая камера с последовательной передачей инерции шарам, что сообща с вибрационным взаимодействием позволяет получать порошки малой дисперсности. С учетом встроенного воздушного охлаждения эффективность и продолжительность работы мельницы превосходит аналоги. Установленная мощность – 2,2 кВт, производительность – до 70 кг/ч, эффективное время измельчения одной загрузки – 15 мин.



Рисунок 2.7 – Прибор для определения удельной поверхности ПСХ-10а



Рисунок 2.8 – Вибрационная мельница МВ-20

Вихревая струйная мельница ВСМ-01 представляет собой агрегат, использующий технологию компрессионного воздушного давления (рисунок 2.9). Сжатый воздух через разгонные сопла диаметром 2-3 мм подается в помольную камеру, за счет чего образуется сверхзвуковой вихрь. Частицы материала через загрузочный бункер всасываются в определенном количестве, за счет отрицательного давления в центре вихря, в помольную (рабочую) камеру. В процессе измельчения сверхтонкие измельченные частицы возгоняются в распределительную камеру. Из распределительной камеры частицы попадают на сепаратор, который отделяет фракции молотого материала от недомолотого материала. Молотый материал, прошедший через сепаратор, перемещается в выходной патрубок с дальнейшим попаданием в циклонный фильтр. Оставшийся материал на сепараторе под действием силы тяжести перемещается в рабочую камеру, где домалывается.

Технические характеристики вихревой струйной мельницы ВСМ-01: покрытие помольной камеры – «лунная поверхность с алмазным напылением»; тип

измельчителя – лабораторный; производительность – 100-150 кг/ч; расход воздуха – 1000-1500 кг/ч; рабочее давление – 8-10 бар.

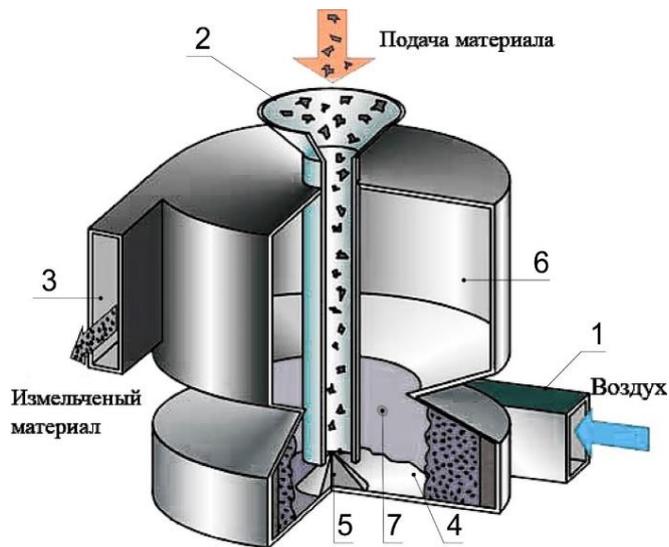


Рисунок 2.9 – Схематичный вид ВСМ-01:
 1 – разгонный патрубок; 2 – загрузочный бункер; 3 – выходной патрубок;
 4 – помольная (рабочая) камера;
 5 – ударный конус (в зоне отрицательного давления); 6 – распределительная камера; 7 – разгонные сопла



Рисунок 2.10 – Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7

Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7 предназначена для измельчения мелкодисперсных материалов до высокой удельной поверхности. РШМ-60-7 представляет собой конструкцию из рамы, жестко установленной неповоротной рабочей камеры в виде цилиндрической двухконтурной емкости; электродвигателя, регулятора скорости вращения, стальных шаров, рабочего вала с активаторами мелющих тел, рабочего вала электродвигателя (рисунок 2.10). Мелющие тела (стальные шары) приводятся в движение активаторами, расположенными на рабочем валу, которые в свою очередь приводятся в движение при помощи роторов. Загрузка материала производится через верхний люк цилиндрической емкости, а разгрузка осуществляется через противоположный нижний выгрузочный люк. Разрушение частиц осуществляется при соударении, сдвиге и истирании мелющих тел. Для разгрузки и аспирации помольной камеры применяется сжатый воздух. В конструкции РШМ-60-7 предусмотрено принудительное охлаждение рабочей камеры («охлаждающая рубашка»), которое осуществляется в наружном контуре, препят-

ствуя нагреву внутреннего контура в ходе сверхинтенсивного измельчения. Установленная мощность – 6,5 кВт, производительность – до 240 кг/ч, эффективное время измельчения одной загрузки – 15 мин.

Сроки схватывания и нормальную густоту определяли по прибору «Вика» [104].

Среднюю плотность образцов цементного камня в серии определяли согласно ГОСТ 12730.1-2020 [118]. Определение *насыпной плотности* сухих сыпучих материалов производили в соответствии с ГОСТ 9758-2012 [119].

Измерение величин *равномерности изменения объема* вяжущих фиксировали согласно ГОСТ 310.2-76 [103].

Растекаемость закладочных смесей устанавливали с применением вискозиметра Сутгарда. Растекаемость закладочных смесей – косвенная характеристика подвижности, способность раствора растекаться под действием гравитационных сил в предопределенном сроками схватывания времени.

Подвижность закладочных смесей определяли методом осадки конуса в соответствии с ГОСТ 10181-2014 [120].

Предложена методика определения *предельного напряжения сдвига* закладочных смесей с использованием прибора Э.О. Штернбека и института Унипромедб [121].

Водоотделение (расслаиваемость) закладочной смеси устанавливали согласно ГОСТ 10181-2014 [120].

Исследования *физико-механических характеристик* вяжущих композиций, составов с гранулированными заполнителями и композиционных вяжущих проводили с использованием образцов-кубов размерами 30×30×30 мм в количестве не менее 5 штук в возрастах 2 и 28 сут. Изучение кинетики набора *прочности закладочных смесей на сжатие* проводили на образцах-кубах с ребром 70×70×70 мм и *на растяжение при изгибе* на образцах призмах квадратного сечения 70×70×280 мм в соответствии с требованиями ГОСТ 10180-2012 [122].

Исследования влияния дозировки отдельных компонентов на прочностные показатели образцов, с учетом обеспечения всех технологических параметров, реализовывали *методом математического планирования эксперимента* [124], по классической методике и с применением языка программирования Python. Составление плана эксперимента с последовательной математической обработкой проводился с целью определения максимально точных конечных данных при изменении принятых показателей условий эксперимента.

3 ПОЛУЧЕНИЕ ГРАНУЛИРОВАННЫХ ЗАПОЛНИТЕЛЕЙ

Задача по разработке эффективных гранулированных заполнителей (ГЗ) для использования в качестве крупных фракций мелкого заполнителя в закладочных смесях является наиболее перспективной и актуальной. Для повышения прочностных показателей закладочного массива необходимо создать наиболее рациональные условия для формирования плотных структур затвердевших растворов, а для этого потребуются разработка и использование крупной фракции мелкого заполнителя в составах твердеющих закладочных комплексов. Изучение научной литературы показало широкий спектр компонентных составов гранулированных заполнителей из техногенных отходов для строительных работ [125-138].

Применение составов закладочных смесей с использованием очень мелких заполнителей ($M_{кр} \leq 0,7$), что имеет место при закладке значительных объемов горных выработок, приводит к значительному перерасходу дорогостоящего энергоемкого цемента, что отражается на технико-экономических показателях горнодобывающих предприятий.

Разработка составов требуемых гранулированных заполнителей осуществляется на основе обычного кварцевого песка (КП) с низким модулем крупности с использованием полученных нами вяжущих композиций.

При приготовлении ГЗ наряду с кварцевым песком использовали разные вариации вяжущих композиций (ВК) на основе портландцемента, полученные в вихревой струйной мельнице, которая считается, на сегодняшний день, наиболее производительной, эффективной и рентабельной при получении высокодисперсных композиций.

3.1 Получение вяжущих композиций в вихревой струйной мельнице для гранулированных заполнителей

При разработке вяжущих композиций для различных гранулированных заполнителей исследовали четыре вида вяжущих: ВК-1, ВК-2 и ВК-3, для сравнения использовали товарный портландцемент ПЦ, в качестве минеральной добавки использовали кварцевый песок фракции $\leq 0,16$ мм (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Составы вяжущих композиций для гранулированных заполнителей

№ состава	Условное обозначение	Расшифровка
1	ПЦ	Портландцемент ЦЕМ 0
2	ВК-1	Портландцемент ЦЕМ 0 + 10% (кварцевого песка фр. $\leq 0,16$ мм)
3	ВК-2	Портландцемент ЦЕМ 0 + 20% (кварцевого песка фр. $\leq 0,16$ мм)
4	ВК-3	Портландцемент ЦЕМ 0 + 30% (кварцевого песка фр. $\leq 0,16$ мм)

Приготовление вяжущих композиций ВК-1, ВК-2 и ВК-3 осуществляли в вихревой струйной мельнице ВСМ-01 в один проход. Гранулометрические исследования всех составов вяжущих композиций показали, что удельная поверхность в результате их одноразового прохода через мельницу увеличивалось более чем в 2 раза (таблица 3.2).

Таблица 3.2 – Удельные поверхности вяжущих композиций

№ состава	Шифр	Состав	Удельная поверхность до и после прохода через ВСМ-01, м ² /кг		Увеличение удельной поверхности, раз
			до	после	
1	ПЦ	ЦЕМ 0	330	-	-
2	ВК-1	ЦЕМ 0 + 10%КП	305	653	в 2,14
3	ВК-2	ЦЕМ 0 + 20%КП	288	632	в 2,19
4	ВК-3	ЦЕМ 0 + 30%КП	279	605	в 2,16

С целью изучения дисперсности и изменения энергетического состояния вяжущих композиций проведен их гранулометрический анализ (рисунок 3.1).

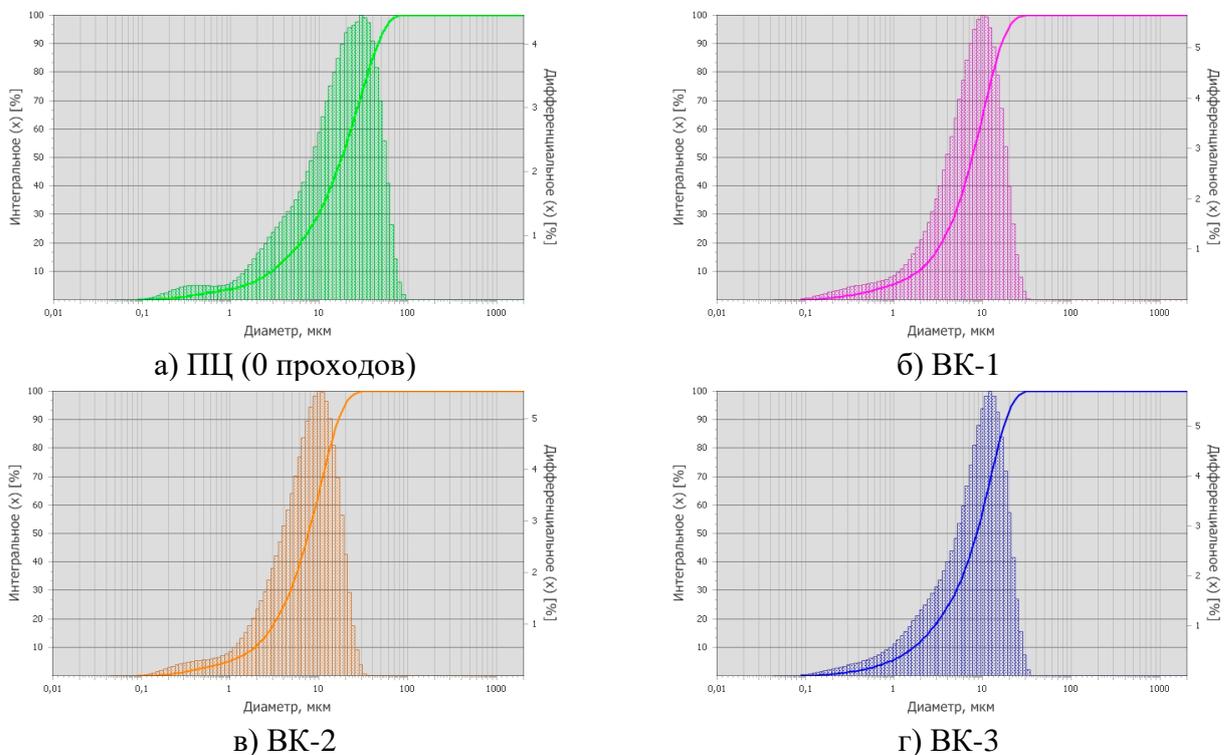


Рисунок 3.1 – Гранулометрические составы вяжущих композиций после измельчения в ВСМ-01

Распределение частиц ПЦ по размерам находится в пределах от 0,1 до 100 мкм. В таблице 3.3 приведен фракционный состав портландцемента и полученных вяжущих композиций.

Таблица 3.3 – Показатели гранулометрических составов ПЦ и ВК-1, ВК-2, ВК-3

Вид материала	Фракционный состав, мкм			
	0.1 – 1	1 – 10	10 – 20	20 – 100
ПЦ, %	4,07	31,74	34,31	29,88
ВК-1, %	5,62	62,29	27,36	4,73
ВК-2, %	5,31	62,15	29,91	2,63
ВК-3, %	5,84	54,99	34,89	4,28

Показатели, приведенные на рисунке 3.1 и в таблице 3.3, свидетельствуют об эффективности измельчения вяжущих композиций в ВСМ-01, что обуславливает возможность создания высокодисперсного гомогенного вяжущего для получения высокопрочных композитов.

Сравнительные показатели нормальной густоты, сроков схватывания и прочностных характеристик полученных вяжущих композиций приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4– Основные технологические и прочностные показатели вяжущих композиций

№ состава	Шифр	Состав	НГ, %	Кол-во воды, мл	Сроки схватывания, мин		Прочность при сжатии, МПа в возрасте			
					начало	конец	2 сут.		28 сут.	
							R _{сж}	Прирост, %	R _{сж}	Прирост, %
1	ПЦ	ЦЕМ 0	26	104	150	260	21,2	-	52,4	-
2	ВК-1	ЦЕМ 0 + 10%КП	32	128	138	271	28,2	33,0	69,5	32,6
3	ВК-2	ЦЕМ 0 + 20%КП	35	140	127	278	26,1	23,1	66,3	26,5
4	ВК-3	ЦЕМ 0 + 30%КП	38	152	129	269	23,9	11,3	57,7	10,1

Отмечается, что нормальная густота вяжущих композиций, прошедших механоактивацию в ВСМ-01, увеличивается с 23 до 46 %, т.е. водопотребность цементных композиций увеличивается в 1,46 раз, вследствие повышенной дисперсности составляющих компонентов систем (таблица 3.4).

Установлено, что сроки начала схватывания ВК в зависимости от увеличения количества минерального компонента 10-30% ускоряются в диапазоне от 10,4 до 17,5%, а конец сроков схватывания вяжущих композиций практически выравниваются и увеличиваются на 1-3% в сравнении с обычным цементом.

Анализ прочностных показателей ВК свидетельствует, что все составы характеризуются стабильным набором прочности, также отмечается, что в ВК с

содержанием 10% и 20% минерального наполнителя прочность образцов в возрасте 28 сут превосходит прочность ПЦ на 32,6 и 26,5 %, что объясняется уплотнением структуры композита за счет присутствия минерального наполнителя.

Анализ нормальной густоты, сроков схватывания и прочностных показателей, полученных ВК в сравнении с неактивированным ПЦ, свидетельствует о положительном влиянии кварцевого песка в исследуемых системах, при этом отмечается, что присутствие тонкодисперсного кварцевого песка увеличивает водопотребность вследствие высокой удельной поверхности и снижает сроки начала схватывания цементного теста, не влияя на конец схватывания.

Таким образом, в процессе приготовления вяжущих композиций установлено положительное влияние активирования материала в вихревой струйной мельнице. В дальнейших исследованиях применяли все три вида вяжущих композиции для получения гранулированных заполнителей.

3.2 Разработка гранулированных заполнителей на различных вяжущих композициях и фракциях песка

3.2.1 Получение гранулированных заполнителей и их испытание

Эксперимент проводился в четыре этапа: 1) подготовка исходных сырьевых материалов; 2) формирование гранулированных заполнителей (ГЗ); 3) формование образцов-кубов; 4) испытания образцов-кубов при сжатии.

Процесс подготовки исходных материалов включал работы по просеиванию и разделению кварцевого песка на фракции $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм. Формирование ГЗ производили после тщательного перемешивания песков разных фракций и ПЦ или ВК с последующим добавлением воды. В ходе эксперимента разработано 36 разных рецептур ГЗ (таблица 3.5). При приготовлении композиционных материалов добавление вяжущих производилось в определенном процентном соотношении для всех фракций песков.

Таблица 3.5 – План разработанных рецептов для формирования ГЗ

Показатель	ПЦ			ВК-1			ВК-2			ВК-3		
	5/95	10/90	15/85	5/95	10/90	15/85	5/95	10/90	15/85	5/95	10/90	15/85
Состав ГЗ: ВК/песок, %												
Фракция песка, мм	$\frac{0,16}{16,2}$	$\frac{0,16}{18}$	$\frac{0,16}{20}$	$\frac{0,16}{16,8}$	$\frac{0,16}{15,3}$	$\frac{0,16}{14,9}$	$\frac{0,16}{17,2}$	$\frac{0,16}{16,4}$	$\frac{0,16}{15,4}$	$\frac{0,16}{17,6}$	$\frac{0,16}{17,8}$	$\frac{0,16}{16,1}$
Добавление воды от общей массы сухой смеси по фракциям песка соответственно, %	$\frac{0,315}{15,3}$	$\frac{0,315}{16,6}$	$\frac{0,315}{18}$	$\frac{0,315}{16}$	$\frac{0,315}{14,1}$	$\frac{0,315}{13,4}$	$\frac{0,315}{16,4}$	$\frac{0,315}{15,2}$	$\frac{0,315}{13,9}$	$\frac{0,315}{16,7}$	$\frac{0,315}{16,4}$	$\frac{0,315}{14,5}$
	$\frac{0,63}{10,7}$	$\frac{0,63}{11,5}$	$\frac{0,63}{12,3}$	$\frac{0,63}{11,2}$	$\frac{0,63}{10}$	$\frac{0,63}{9,2}$	$\frac{0,63}{11,3}$	$\frac{0,63}{10,5}$	$\frac{0,63}{9,5}$	$\frac{0,63}{11,5}$	$\frac{0,63}{11,3}$	$\frac{0,63}{9,9}$

Анализ таблицы 3.5 показывает, что расход воды при разработке рецептов ГЗ различен, что объясняется дисперсностью исходных компонентов. Рассматривая расход воды в составах с вяжущими композициями, отмечается, что при увеличении расхода цемента снижается содержание воды во всех системах при различном содержании песка ($\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$). Следует обратить внимание на зависимость понижения водоцементного отношения при повышении содержания ВК в композиционном составе раствора от 5 до 15%. В цементно-песчаном растворе при малом содержании вяжущего необходимо большее количество воды с целью создания сольватного слоя и электрического заряда, препятствующего непосредственному контакту между зернами, для создания правильного распределения частиц ВК по всему объему, а также для формирования водной оболочки вокруг каждой частицы кварцевого песка, образовав при этом водокolloидные связи. При малом добавлении ВК в композиционный состав риск образования большого количества капиллярных пор практически не имеет значения, так как структура гранулированного заполнителя при добавлении 5% вяжущего будет пористой, поэтому так важно добиться равномерного распределения вяжущего между частицами заполнителя для получения наиболее прочных ГЗ.

Подготовленный композиционный раствор, необходимой консистенции, пропускался через шнековый гранулятор «ГРШ-50». Вследствие чего ГЗ получали путем экструзионного формования (уплотнение + выдавливание материала из выгрузных отверстий формообразующей пластины). Конструктивная схема гранулятора представлена на рисунке 3.2. Полученные гранулы цилиндрической формы

помещались в камеру нормального твердения, где набирали прочность в течение 28 сут. На рисунке 3.3 – 3.6 представлен внешний вид ГЗ в возрасте 28 сут.

Исследования гранулированных заполнителей показали, что с увеличением дисперсности песка пористость гранул возрастает. Гранулы заполнителя, приготовленные с применением ВК, имели цилиндрическую форму диаметром 4-5 мм и длиной 4-7 мм. Прочность ГЗ определяли в растворе путем формования образцов кубов 3х3х3 см из компонентного состава следующего процентного соотношения, мас. %: портландцемент ЦЕМ 0 – 40; гранулированный заполнитель (ГЗ) – 40; вода – 20. Для обеспечения необходимой плотности формуемых составов формы встряхивались на лабораторном встряхивающем столике в течение 3 мин.

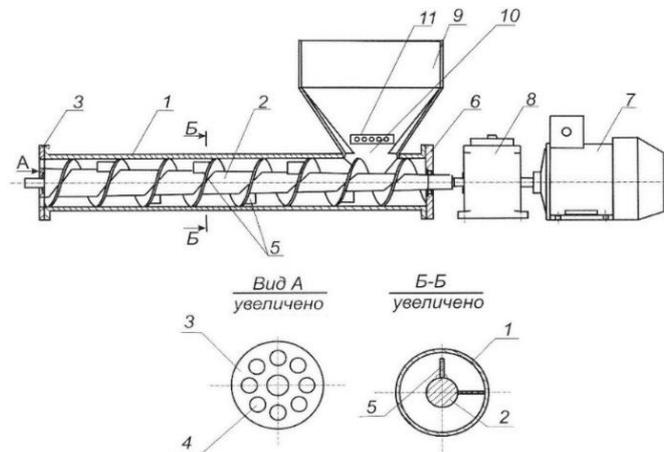


Рисунок 3.2 – Конструктивная схема шнекового гранулятора «ГРШ-50»: 1 – цилиндрический корпус; 2 – вал; 3 – формообразующая пластина; 4 – выгрузные отверстия; 5 – измельчительные уступы; 6 – задняя крышка с подшипниками; 7 - электродвигатель; 8 - редуктор; 9 – загрузочный бункер; 10 - окно; 11 – устройство смачивания



Рисунок 3.3 – Внешний вид гранулированного заполнителя (фракция кварцевого песка $\leq 0,16$ мм)



Рисунок 3.4 – Внешний вид гранулированного заполнителя (фракция кварцевого песка $\leq 0,315$ мм)



Рисунок 3.5 – Внешний вид гранулированного заполнителя (фракция кварцевого песка $\leq 0,63$ мм)



Рисунок 3.6 – Внешний вид гранулированного заполнителя

Формовка образцов-кубов производилась следующим образом: 1) готовился цементный раствор с В/Ц = 0,5; 2) взвешивали ГЗ одинаковой массы; 3) смесь перемешивалась и укладывалась в образцы-кубы, при этом гранулированные заполнители во всех формовочных конструкциях занимали максимальный объем при одинаковой массе ГЗ. Данный вид формовки обосновывался созданием такой макроструктуры цементного камня с заполнителем, при которой характер разрушения образцов будет реализован с разрывом в местах зерен гранулированного заполнителя, то есть в наиболее ослабленных областях. После формовки кубы набирали прочность в течение 28 сут при нормальных условиях.

В ходе исследований заформовано 180 образцов-кубов из 36 видов рецептур. Для проведения более полного сравнительного анализа дополнительно заформовано 5 кубических образцов с составом: портландцемент ЦЕМ 0 – 66,67%; вода – 33,33%. Лабораторные испытания образцов-кубов проводились на гидравлическом прессе ПГМ-50МГ4. На рисунках 3.7 – 3.9 изображены разрушенные части образцов.

В результате исследования сколов поверхностей испытанных образцов выявлен вид разрушения, характеризующийся преимущественным разрывом зерен заполнителя. Установлено, что все гранулы в зонах разлома имеют максимальные диаметральные размеры, следовательно, разрушение происходит именно на радиальном расстоянии от контактной зоны гранул и цементного камня. Плоскости деформации каждого образца разнятся и направлены тождественно распределению гранул в кубическом объеме. Для полноты и точности определения прочностных

экспериментальных результатов было предусмотрено формирование не менее 5 образцов-кубов для каждой рецептуры.

Важно учесть пористость ГЗ и особенности работы их в составе компонентного раствора. Проведя сравнительный анализ изображений 3.7 – 3.9, необходимо отметить, что контактные зоны ГЗ (дисперсность кварцевого песка $\leq 0,16$ мм) и цементного камня разрушенного образца имеют четко просматриваемые линии сопряжения, когда как с увеличением дисперсности гранул кварцевого песка в ГЗ данные линии размываются. Это говорит о том, что связанность ГЗ и цементного теста, за счет увеличения пористости первого возрастает.



Рисунок 3.7 – Скол образца раствора с ГЗ (фракция песка $\leq 0,16$ мм)



Рисунок 3.8 – Скол образца раствора с ГЗ (фракция песка $\leq 0,315$ мм)



Рисунок 3.9 – Скол образца раствора с ГЗ (фракция $\leq 0,63$ мм)

С целью установления рациональных составов разработали составы ГЗ на песках различных фракций и с применением разных вяжущих: портландцемента и предложенных вяжущих композиций.

3.2.2 Влияние фракции заполнителя и расхода портландцемента на физико-механические свойства гранулированного заполнителя

Исследования проводили при изменении фракций кварцевого песка ($\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм) и портландцемента (5, 10, 15%), составы и результаты испытаний при сжатии образцов приведены в таблице 3.6. Для наглядного представления полученных физико-механических характеристик образцов-кубов построена сравнительная гистограмма (рисунок 3.10).

Таблица 3.6 – Компонентный состав образцов-кубов с гранулированными заполнителями на основе ПЦ

№ состава	Обозначение образца-куба	Фракция песка, мм	Состав заполнителей, мас. %		Состав вяжущего, г			Средняя прочность образцов при сжатии, МПа
			ПЦ	Песок	ПЦ	Вода	В/Ц	
1.1	0,16+5%ПЦ	≤0,16	5	95	100	50	0,5	14,07
1.2	0,16+10%ПЦ		10	90				20,76
1.3	0,16+15%ПЦ		15	85				18,01
1.4	0,315+5%ПЦ	≤0,315	5	95				10,53
1.5	0,315+10%ПЦ		10	90				20,85
1.6	0,315+15%ПЦ		15	85				17,53
1.7	0,63+5%ПЦ	≤0,63	5	95				13,88
1.8	0,63+10%ПЦ		10	90				21,35
1.9	0,63+15%ПЦ		15	85				21,18
1	ПЦ	-	-	-	200	100	36,7	

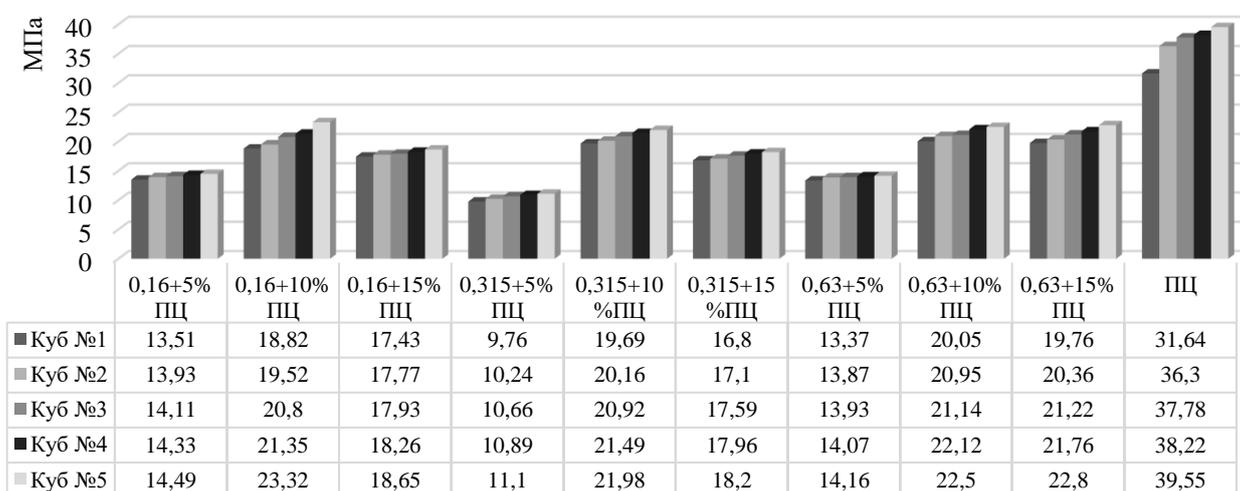


Рисунок 3.10 – Гистограмма сравнения прочностных показателей при сжатии образцов-кубов с добавлением гранулированных заполнителей (ПЦ)

Анализ прочности образцов ГЗ, созданных на основе кварцевого песка (фр. ≤0,16; ≤0,315; ≤0,63 мм) и портландцемента ЦЕМ 0, показывает, что при расходе ПЦ в количестве 5 % кубики имеют минимальную прочность. Добавление портландцемента в количестве 10% от общей массы песка приводит к резкому возрастанию прочности заполнителя, а при добавлении 15% прочностные показатели образцов снижаются.

Повышение процента вяжущей композиции с кварцевым песком пропорционально уменьшает пористость гранул и одновременно повышает их прочность. В связи с этим при приготовлении компонентного раствора образуется контактный слой гранулированного заполнителя и цементного теста, который подчиняется закону сродства формирующихся структур [99] и глубиной проникновения вяжущего

между частицами ГЗ. При понижении содержания портландцемента в компонентном составе ГЗ область контактного слоя с цементным тестом увеличивается, а при повышении уменьшается. На рисунке 3.11 представлены результаты зависимостей средних значений прочности образцов при различном содержании ПЦ в составе ГЗ.

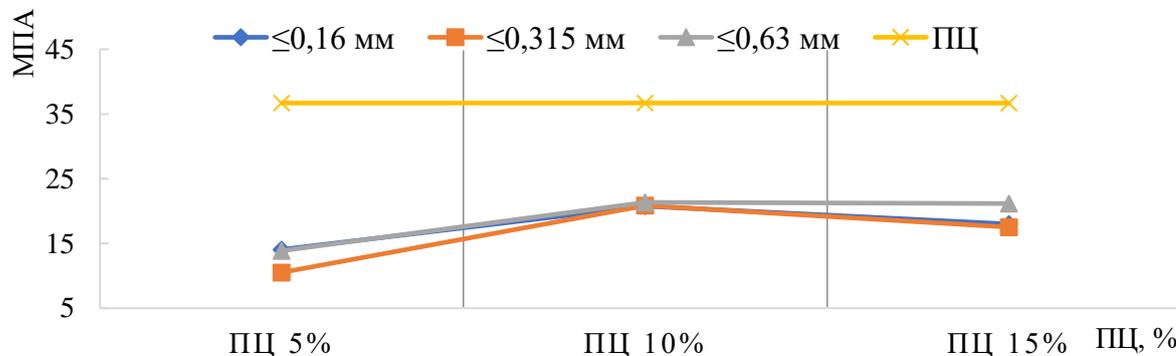


Рисунок 3.11 – Зависимости средних значений прочности образцов при разном процентном добавлении ПЦ в гранулированные заполнители

При уменьшении расхода ПЦ в ГЗ прочность образцов падает, что обусловлено недостаточным количеством вяжущего. При увеличении содержания вяжущего в ГЗ до 15% область контактной зоны уменьшается, при этом возрастает прочность каждой гранулы. Установлено, что наиболее перспективными составами ГЗ являются композиции с содержанием 10% ПЦ.

Анализ прочностных характеристик образцов (таблица 3.6) с разными видами ГЗ, показывает, что максимальная прочность достигается при использовании кварцевого песка дисперсностью фр. $\leq 0,315$ и фр. $\leq 0,63$ мм.

Установлены наиболее перспективные и выгодные составы ГЗ для дальнейшего применения в закладочной смеси:

- при содержании в ГЗ песка фракции $\leq 0,16$ мм установлены прочности при сжатии: при расходе ПЦ=5% – 14,07 МПа; при расходе ПЦ=10% – 20,76 МПа; при расходе ПЦ=15% – 18,01 МПа.

Наилучшим составом ГЗ с фракцией $\leq 0,16$ мм будут гранулы с добавлением ПЦ в количестве 10% от общей массы песка:

- при содержании в ГЗ песка фракции $\leq 0,315$ мм получены прочности при сжатии: при расходе ПЦ=5% – 10,53 МПа; при расходе ПЦ=10% – 20,85 МПа; при расходе ПЦ=15% – 17,53 МПа. Максимальное значение прочности зафиксировано при добавлении 10% ПЦ в компонентный состав ГЗ;

- при содержании в ГЗ песка фракции 0,63 мм получены значения прочностей при сжатии: при расходе ПЦ=5% – 13,88 МПа, при расходе ПЦ=10% – 21,35 МПа, при расходе ПЦ=15% – 21,18 МПа. В данном случае рациональным будет применение ГЗ с содержанием ПЦ в объеме 10% и 15%.

Таким образом, на основе проведенных исследований с использованием ПЦ и применяемых песков фракций $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм. Установлен наилучший состав 0,63+10%ПЦ, обеспечивающий прочность 21,35 МПа.

3.2.3 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-1) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя

Разработано 9 видов рецептов ГЗ, на основе предложенной вяжущей композиции ВК-1 (см. п. 3.2.1) и различных фракций кварцевого песка ($\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$), представленных в таблице 3.7.

Таблица 3.7 – Компонентные составы образцов с гранулированным заполнителем на основе вяжущей композиции ВК-1

№ состава	Обозначение образца-куба	Фракция песка, мм	Компонентный состав заполнителей, мас. %		Состав вяжущего, г			Средняя $R_{сж}$ образцов, МПа	Обозначение образца-куба на основе ПЦ / средняя прочность при сжатии пяти образцов на основе ПЦ, МПа
			ПЦ	Песок	ПЦ	Вода	В/Ц		
2.1	0,16+5%ВК-1	$\leq 0,16$	5	95	100	50	0,5	9,11	0,16+5%ПЦ / 14,07
2.2	0,16+10 %ВК-1		10	90				20,06	0,16+10%ПЦ / 20,76
2.3	0,16+10 %ВК-1		15	85				18,16	0,16+15%ПЦ / 18,01
2.4	0,315+5%ВК-1	$\leq 0,315$	5	95			0,5	15,83	0,315+5%ПЦ / 10,53
2.5	0,315+10 %ВК-1		10	90				25,45	0,315+10%ПЦ / 20,85
2.6	0,315+15%ВК-1		15	85				22,55	0,315+15%ПЦ / 17,53
2.7	0,63+5%ВК-1	$\leq 0,63$	5	95			0,5	24,66	0,63+5%ПЦ / 13,88
2.8	0,63+10 %ВК-1		10	90				23,82	0,63+10%ПЦ / 21,35
2.9	0,63+15%ВК-1		15	85				25,22	0,63+15%ПЦ / 21,18
1	ПЦ	-	-	-	200	100	36,70	ПЦ / 36,70	

Примечание: 1. Данные столбца 11 скопированы из таблицы 3.6 с целью удобства сравнения результатов.

В результате обработки данных построена гистограмма прочностных показателей образцов (рисунок 3.12), свидетельствующая, что в ГЗ, приготовленных на фракции песка $\leq 0,16$ и $\leq 0,315$ при расходе ВК-1=10% и для фракции $\leq 0,63$ при расходе ВК-1=15%, обладают наилучшей прочностью.

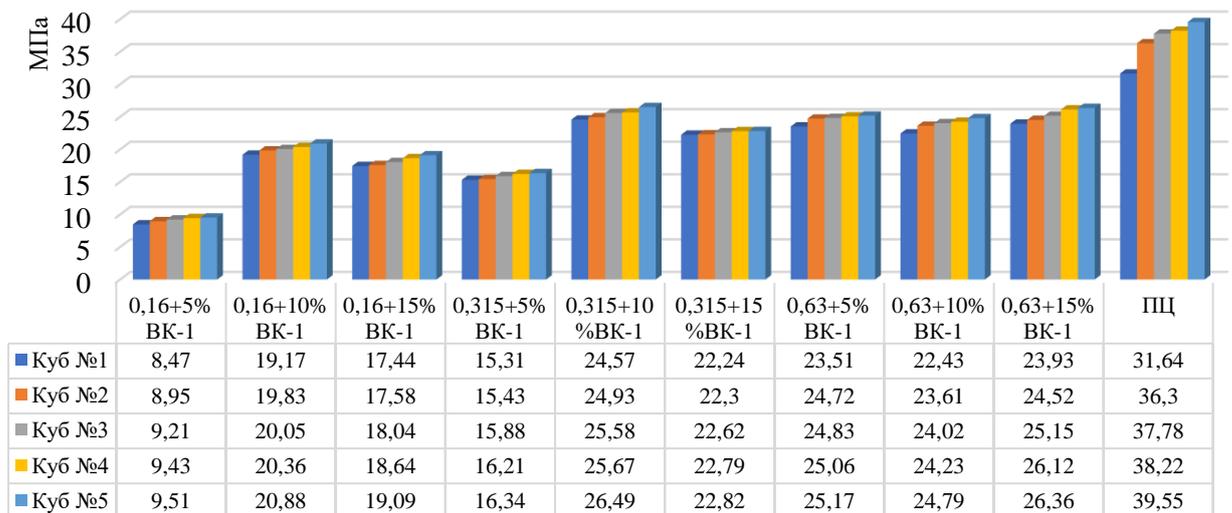


Рисунок 3.12 – Гистограмма сравнения прочностных показателей при сжатии пяти образцов-кубов с добавлением гранулированных заполнителей (ВК-1)

Для образцов с гранулированным заполнителем на основе кварцевого песка фракций $\leq 0,16$ и $\leq 0,315$ мм физико-механические характеристики возрастают в 2 раза при изменении содержания ВК-1 с 5 до 10%. Рост содержания ВК-1 с 10 до 15% в ГЗ (фракций $\leq 0,16$ и $\leq 0,315$ мм) показывает стагнацию и регресс прочности. Построен график сравнения зависимостей средних значений прочностных показателей (рисунок 3.13), показывающий перспективность применения для дальнейших исследований ГЗ с песком фракциями $\leq 0,315$ и $\leq 0,63$, так как они имеют наибольшие прочности.

ГЗ с дисперсностью песка $\leq 0,63$ мм на основе ВК-1 в композиционной связке с цементным тестом обеспечивают примерно одинаковые показатели прочности на сжатие при вводе вяжущего 5 и 15%. Добавление ВК-1 в количестве 10% дает снижение прочности образцов.

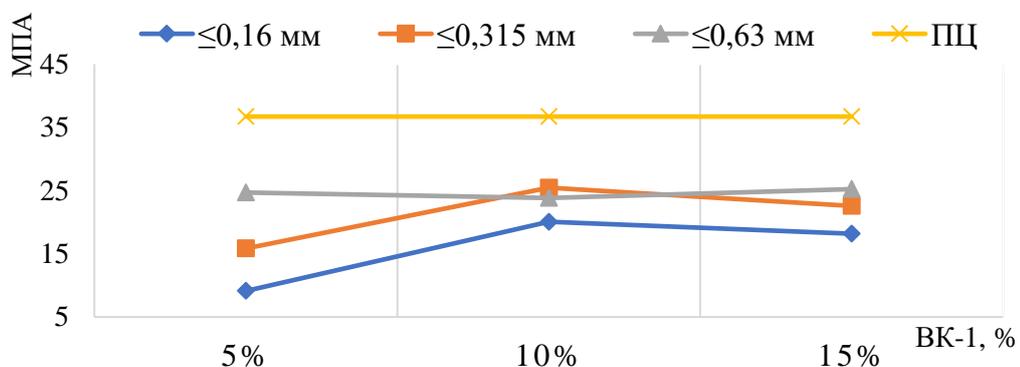


Рисунок 3.13 – Зависимости средних значений прочности при разном процентном добавлении ВК-1 в гранулированные заполнители

ГЗ с дисперсностью $\leq 0,16$ мм показал низкие прочностные характеристики в композиции с цементным тестом. За счет малой пористости, высокой удельной поверхности, небольшой величины контактного слоя ГЗ с содержанием частиц кварцевого песка дисперсностью $\leq 0,16$ мм показали низкие прочности: 1) 0,16+5%ВК-1 – 9,11 МПа; 2) 0,16+10%ВК-1 – 20,06 МПа; 3) 0,16+15%ВК-1 – 18,16 МПа.

Отмечается заметный рост прочностных показателей при использовании кварцевого песка фракции $\leq 0,315$ мм в составах ГЗ. Так, с учетом вышеизложенного, образцы, набравшие прочность в течение 28 сут, обладают следующими прочностными показателями при сжатии: 1) 0,315+5%ВК-1 – 15,83 МПа; 2) 0,315+10%ВК-1 – 25,45 МПа; 3) 0,315+15%ВК-1 – 22,55 МПа.

Установлено, что при увеличении содержания ВК-1 в ГЗ (фр. $\leq 0,315$ мм) с 10 до 15% прочность образцов снижается.

Анализ сравнительных исследований образцов с ГЗ на основе кварцевого песка фракцией $\leq 0,63$ мм и ВК-1 показывает линейное возрастание прочности при изменении содержания ВК-1 в составе с 10 до 15%. Физико-механические показатели при сжатии образцов следующие: 1) 0,63+5%ВК-1 – 24,66 МПа; 2) 0,63+10%ВК-1 – 23,82 МПа; 3) 0,63+15%ВК-1 – 25,22 МПа.

ГЗ (фр. $\leq 0,63$ мм) с 10% добавлением ВК-1, считаются наиболее перспективными, так как в этих составах нет перерасхода дорогостоящего вяжущего и достаточно обмазки для достижения требуемой прочности гранул.

Таким образом, на основе проведенных исследований с использованием вяжущей композиции ВК-1 и применяемых песков фракций $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм установлено, что наилучшим составом является состав 0,315+10%ВК-1, обеспечивающий прочность 25,45 МПа. Заслуживает внимания состав 0,63+15%ВК-1, обеспечивающий среднюю прочность 25,22 МПа. В данных составах при наличии заполнителей фр. 0,315 и 0,63 мм создается достаточная обмазка цементным камнем, что обеспечивает высокую прочность, кроме того, прочность дополнительно обеспечивается за счет эффекта сродства структур, обусловленное кварцевым песком, присутствующем в вяжущей композиции ГЗ.

3.2.4 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-2) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя

Изучено влияние вяжущей композиции ВК-2 (см. п. 3.2.1) на физико-механические характеристики ГЗ, полученных на разных фракциях кварцевого песка ($\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм). Разработаны 9 составов ГЗ на песках разной фракции и ВК-2 (таблица 3.8). С целью изучения влияния вида ГЗ на физико-механические показатели компонентных растворов проведены испытания образцов в возрасте 28 сут.

Таблица 3.8 – Компонентные составы образцов с гранулированными заполнителями на основе вяжущей композиции ВК-2

№ состава	Обозначение образца-куба	Фракция песка, мм	Компонентный состав заполнителей, мас. %		Состав вяжущего, г			Средняя $R_{сж}$ образцов, МПа	Обозначение образца-куба на основе ПЦ / средняя прочность при сжатии пяти образцов на основе ПЦ, МПа
			ПЦ	Песок	ПЦ	Вода	В/Ц		
3.1	0,16+5%ВК-2	$\leq 0,16$	5	95	100	50	0,5	16,19	0,16+5%ПЦ / 14,07
3.2	0,16+10%ВК-2		10	90				20,34	0,16+10%ПЦ / 20,76
3.3	0,16+15%ВК-2		15	85				22,97	0,16+15%ПЦ / 18,01
3.4	0,315+5%ВК-2	$\leq 0,315$	5	95				16,00	0,315+5%ПЦ / 10,53
3.5	0,315+10%ВК-2		10	90				19,1	0,315+10%ПЦ / 20,85
3.6	0,315+15%ВК-2		15	85				18,29	0,315+15%ПЦ / 17,53
3.7	0,63+5%ВК-2	$\leq 0,63$	5	95				22,47	0,63+5%ПЦ / 13,88
3.8	0,63+10%ВК-2		10	90				34,38	0,63+10%ПЦ / 21,35
3.9	0,63+15%ВК-2		15	85				32,33	0,63+15%ПЦ / 21,18
1	ПЦ	-	-	-	200	100	36,70	ПЦ / 36,70	

Примечание: 1. Данные столбца 11 скопированы из таблицы 3.6 с целью удобства сравнения результатов.

На рисунке 3.14 приведена гистограмма сравнения результатов физико-механических испытаний образцов-кубов с ГЗ. При сравнительном анализе отмечается рост прочностных показателей при увеличении дисперсности кварцевого песка в ГЗ. При этом наибольшие показатели прочности достигаются при добавлении ГЗ с составами: 1) 0,16+15%ВК-2 – 22,97 МПа; 2) 0,315+10%ВК-2 – 19,1 МПа; 3) 0,63+10%ВК-2 – 34,38 МПа.

Анализ данных рисунка 3.14 показывает стабильный рост прочности образцов с ГЗ на основе песков фракцией $\leq 0,16$ мм, при увеличении содержания ВК-2 с 5 до 15%. В процессе формирования плотной структуры композита из цементного камня и ГЗ (фр. $\leq 0,16$ мм) при добавлении ВК-2 в количестве 15% формируется плотная структура с высокими прочностными характеристиками (22,97 МПа).

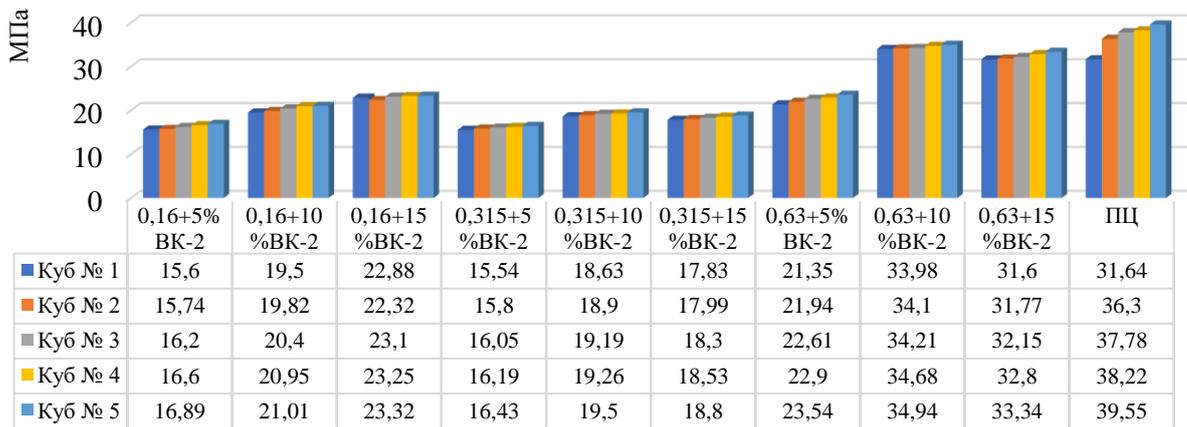


Рисунок 3.14 – Гистограмма сравнения прочностных показателей при сжатии пяти образцов-кубов с добавлением гранулированных заполнителей (ВК-2)

Образцы композитов на основе ГЗ с фракцией песка $\leq 0,315$ мм показали наименьшие прочности, отмечается неравномерная возрастающе-убывающая зависимость прочностей, при которой максимум достигается при добавлении ГЗ в составе 0,315+10%ВК-2 – 19,1 МПа, а минимум в составе 0,315+5%ВК-2 – 16,0 МПа. Увеличение содержания ВК-2 в ГЗ до 15% снижает прочность образцов до 18,29 МПа.

Анализ гистограммы (рисунок 3.14) и данных таблицы 3.8 показывает, что ГЗ на основе кварцевого песка фр. $\leq 0,63$ мм в компонентном составе имеют самые высокие показатели прочности (34,38 МПа). Наблюдается стагнация прочностных показателей при увеличении содержания ВК-2 с 10 до 15%, поэтому экономически эффективным будет приготовление гранул с маркировкой 0,63+10%ВК-2, с целью снижения перерасхода дорогостоящего вяжущего. Так средние прочностные показатели образцов (0,63+ВК-2) при сжатии следующие: 0,63+5%ВК-2 – 22,47 МПа; 0,63+10%ВК-2 – 34,38 МПа; 0,63+15%ВК-2 – 32,33 МПа. График сравнения средних значений прочностных показателей образцов и процентного содержания ВК-2 в гранулированных заполнителях (рисунок 3.15).

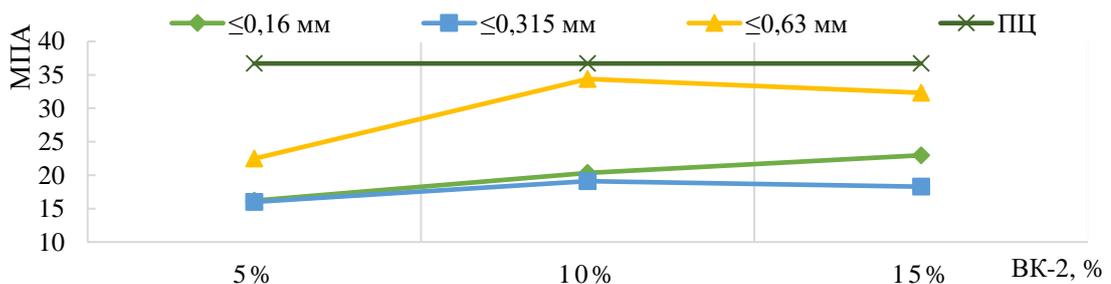


Рисунок 3.15 – Зависимости средних значений прочности при разном процентном добавлении ВК-2 в гранулированные заполнители

Установлено, что наилучшим составом является состав 0,63+10%ВК-2, обеспечивающий прочность 34,38 МПа, полученный на основе вяжущих композиций ВК-2 и применяемых песков фракций $\leq 0,63$ мм. Кроме того, заслуживает внимания состав 0,16+15%ВК-2, характеризующийся прочностью 22,97 МПа.

3.2.5 Влияние фракции заполнителя и расхода вяжущей композиции (ВК-3) на физико-механические свойства гранулированного заполнителя

Изучено влияние различной дозировки ВК-3 (см. п. 3.2.1) в компонентном составе с кварцевым песком (фр. $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$) для приготовления ГЗ. Исследовано 9 видов рецептур компонентных составов ГЗ, результаты испытаний приведены в таблице 3.9.

Для образцов на основе ГЗ (фр. $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$) характерна нелинейная зависимость изменения прочности при добавлении ВК-3 от 5 до 15 %. Графическое представление физико-механических показателей образцов приведено на рисунке 3.16.

Таблица 3.9 – Компонентные составы образцов с гранулированными заполнителями на основе вяжущей композиции ВК-3

№ состава	Обозначение образца-куба	Фракция песка, мм	Компонентный состав заполнителей, мас. %		Состав вяжущего, г			Средняя $R_{сж}$ образцов, МПа	Обозначение образца-куба на основе ПЦ / средняя прочность при сжатии пяти образцов на основе ПЦ, МПа
			ПЦ	Песок	ПЦ	Вода	В/Ц		
4.1	0,16+5%ВК-3	$\leq 0,16$	5	95	100	50	0,5	15,65	0,16+5%ПЦ / 14,07
4.2	0,16+10%ВК-3		10	90				15,19	0,16+10%ПЦ / 20,76
4.3	0,16+15%ВК-3		15	85				25,36	0,16+15%ПЦ / 18,01
4.4	0,315+5%ВК-3	$\leq 0,315$	5	95				19,96	0,315+5%ПЦ / 10,53
4.5	0,315+10%ВК-3		10	90				18,4	0,315+10%ПЦ / 20,85
4.6	0,315+15%ВК-3		15	85				26,65	0,315+15%ПЦ / 17,53
4.7	0,63+5%ВК-3	$\leq 0,63$	5	95				24,37	0,63+5%ПЦ / 13,88
4.8	0,63+10%ВК-3		10	90				27,21	0,63+10%ПЦ / 21,35
4.9	0,63+15%ВК-3		15	85				32,23	0,63+15%ПЦ / 21,18
1	ПЦ	-	-	-	200	100	36,70	ПЦ / 36,70	

Примечание: 1. Данные столбца 11 скопированы из таблицы 3.6 с целью удобства сравнения результатов.

Установлено, что наибольшая прочность отмечалась у образцов с ГЗ с содержанием 15% вяжущей композиции. При использовании песков фр. $\leq 0,16$ мм и дозировки вяжущих композиций от 5 до 15% наилучшими составами являются составы с содержанием 15% ВК-3. Прочности образцов составляют:

- 1) для 0,16+5%ВК-3 – 15,65 МПа; 2) для 0,16+10%ВК-3 – 15,9 МПа;
3) для 0,16+15%ВК-3 – 25,36 МПа.

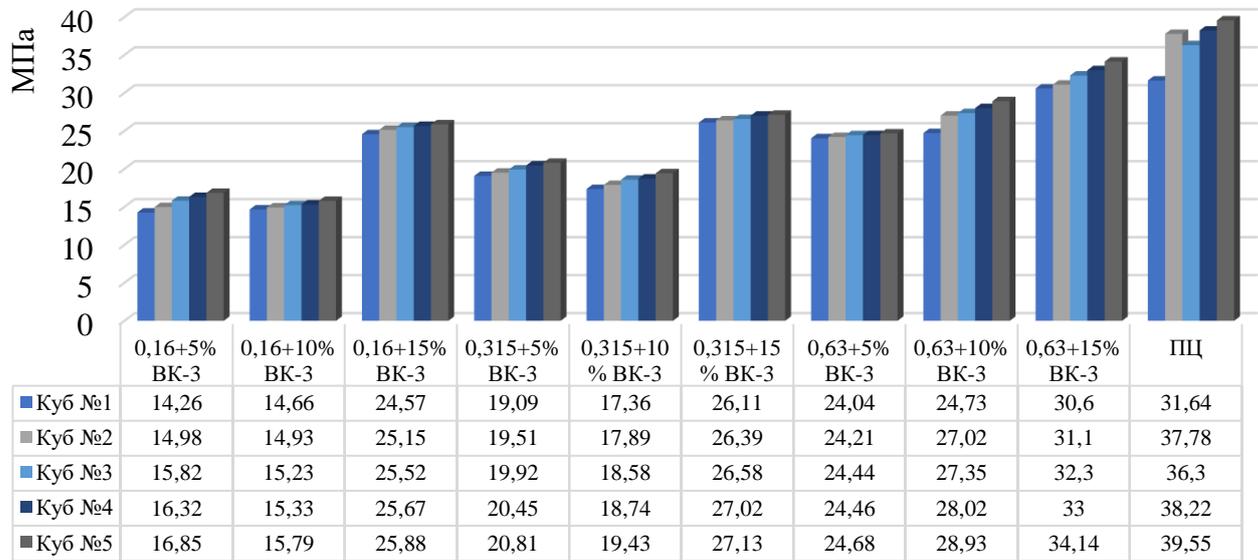


Рисунок 3.16 – Гистограмма сравнения прочностных показателей при сжатии образцов-кубов с добавлением гранулированных заполнителей (ВК-3)

При использовании кварцевого песка фр. $\leq 0,315$ и ВК-3 получены наилучшие прочности при сжатии образцов с содержанием вяжущего 15% – 26,65 МПа (макс. – 27,13 МПа).

Установлено, что для образцов с ГЗ (фр. $\leq 0,63$ мм) характерны следующие величины прочности: 0,63+5%ВК-3 – 24,37 МПа; 0,63+10%ВК-3 – 27,21 МПа; 0,63+15%ВК-3 – 32,23 МПа. Оценивая влияние процентного содержания ВК-3, отмечается, что наилучшие стабильные показатели прочности обеспечиваются при содержании вяжущего 5 и 15 %.

График сравнения зависимостей средних прочностных показателей образцов в зависимости от добавления ВК-3 представлен на рисунке 3.17.

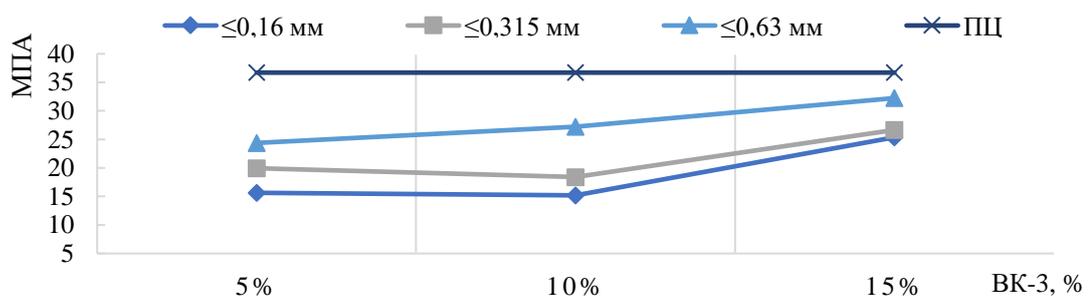


Рисунок 3.17 – График сравнения зависимостей средних значений прочностных показателей образцов-кубов от % добавления ВК-3 в гранулированные заполнители

На графике (рисунок 3.17) отчетливо прослеживаются зависимости повышения прочностей, при добавлении 15% ВК-3 в компонентные составы ГЗ.

Таким образом, на основе проведенных исследований с использованием ВК-3 и песков фракций $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм установлено, что наилучшим составом является состав 0,63+15%ВК-3, обеспечивающий прочность 32,23 МПа. Отмечается, что наилучший прирост прочности во всех составах обеспечивается при содержании ВК-3 равном 15%. Результаты всех компонентных составов ГЗ на основе ВК-1, ВК-2 и ВК-3 и различных фракций песка приведены в таблице 3.10.

Таблица 3.10 – Результаты наибольших прочностных характеристик образцов с гранулированными заполнителями

№ состава	Шифр образца	Средняя $R_{сж}$ пяти образцов, МПа	№ состава	Шифр образца	Средняя $R_{сж}$ пяти образцов, МПа	№ состава	Шифр образца	Средняя $R_{сж}$ пяти образцов, МПа	№ состава	Шифр образца	Средняя $R_{сж}$ пяти образцов, МПа
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1.1	0,16+5%ПЦ	14,07	2.1	0,16+5%ВК-1	9,11	3.1	0,16+5%ВК-2	16,19	4.1	0,16+5%ВК-3	15,65
1.2	0,16+10%ПЦ	20,76	2.2	0,16+10 %ВК-1	20,06	3.2	0,16+10%ВК-2	20,34	4.2	0,16+10%ВК-3	15,19
1.3	0,16+15%ПЦ	18,01	2.3	0,16+10 %ВК-1	18,16	3.3	0,16+15%ВК-2	22,97	4.3	0,16+15%ВК-3	25,36
1.4	0,315+5%ПЦ	10,53	2.4	0,315+5%ВК-1	15,83	3.4	0,315+5%ВК-2	16,00	4.4	0,315+5%ВК-3	19,96
1.5	0,315+10%ПЦ	20,85	2.5	0,315+10%ВК-1	25,45	3.5	0,315+10%ВК-2	19,1	4.5	0,315+10%ВК-3	18,4
1.6	0,315+15%ПЦ	17,53	2.6	0,315+15%ВК-1	22,55	3.6	0,315+15%ВК-2	18,29	4.6	0,315+15%ВК-3	26,65
1.7	0,63+5%ПЦ	13,88	2.7	0,63+5%ВК-1	24,66	3.7	0,63+5%ВК-2	22,47	4.7	0,63+5%ВК-3	24,37
1.8	0,63+10%ПЦ	21,35	2.8	0,63+10 %ВК-1	23,82	3.8	0,63+10%ВК-2	34,38	4.8	0,63+10%ВК-3	27,21
1.9	0,63+15%ПЦ	21,18	2.9	0,63+15%ВК-1	25,22	3.9	0,63+15%ВК-2	32,33	4.9	0,63+15%ВК-3	32,23
1	ПЦ	36,7	1	ПЦ	36,70	1	ПЦ	36,70	1	ПЦ	36,70

Использование при приготовлении ГЗ ВК-1 в количестве 10 и 15% обеспечивают получение прочности гранул от 20,06 до 25,45 МПа, что позволяет рекомендовать их в производстве закладочных смесей. Наилучшим образом зарекомендовали себя фракции песка $\leq 0,315$ мм и $\leq 0,63$ мм, при которых обеспечивается наилучшая обмазка зерен заполнителя цементным тестом.

При содержании ВК-2 в объеме от 10 до 15% в ГЗ с фракциями песка $\leq 0,16$ мм и $\leq 0,63$ мм наблюдается наиболее эффективная работа гранул в цементном тесте. Наилучшим составом является состав с добавлением 10% ВК-2 и фракции кварцевого песка $\leq 0,63$ мм, показывающий прочность 27,21 МПа.

При содержании ВК-3 в количестве 15% в ГЗ и применении фракций песка $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм полученные образцы показывают прочности в диапазоне от 25,36 до 32,23 МПа. Резкое увеличение прочностных показателей до 32,23 МПа наблюдается у образцов ГЗ на основе фракций песка $\leq 0,63$ мм и 15% добавления ВК-3.

С учетом эколого-экономических принципов с позиции рациональности рекомендуются к применению составы на основе вяжущей композиции ВК-3 (шифр состава **0,63+15%ВК-3**).

3.2.6 Изучение микроструктуры гранулированных заполнителей, полученных на различных вяжущих композициях и фракциях песка

С целью изучения микроструктуры образцов выполнены микрофотографии сколов контактных зон и структуры ГЗ под шифрами: 0,63+10%ПЦ; 0,315+10%ВК-1; 0,63+10%ВК-2; 0,63+15%ВК-3. Выбор данных образцов определялся высокими прочностными характеристиками, с учетом проведения дальнейших испытаний в компонентных составах закладочных смесей. При изучении установлено близкое сходство микроструктуры ГЗ, что отражено в научных статьях [141-143].

Результаты испытаний образцов ГЗ с ПЦ. На рисунке 3.18 представлены снимки микроструктуры контактного слоя образцов с ГЗ шифром 0,63+10%ПЦ. Высокая пористость ГЗ определяет толщину контактного слоя и степень связанности гранулированных заполнителей с вяжущим. Структура контактного слоя определяется как разнородная, с образованием кристаллов различной формы разной ориентации и наличием в отдельных местах друз кристаллов. В некоторых местах видны параллельно ориентированные слоистые образования пластинчатых кристаллов. Четко просматривается обрастание частиц кварцевого песка чешуйчатыми поликристаллами. Микроструктура контактного слоя (рисунок 3.18, 10 мкм) отличается неоднородностью с образованиями бесформенно расположенных чешуек поликристаллов, а также с формированиями хаотично ориентированных призматических кристаллов. Срастание чешуек гидросиликатов кальция в контактном слое с параллельным образованием удлиненных кристаллов создают плотную блочную компактированную структуру [141].

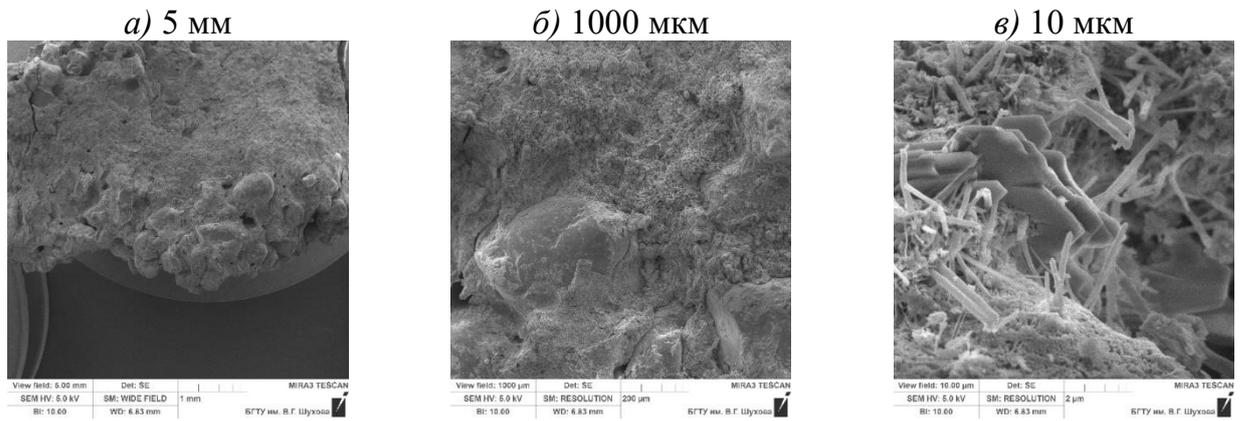


Рисунок 3.18 – Микроструктура контактного слоя гранулированных заполнителей 0,63+10%ПЦ в возрасте 28 сут, образец №1

Микроструктура поверхности скола в области ГЗ шифра 0,63+10%ПЦ (рисунок 3.19) формируется из отдельных зерен кварцевого песка (фракцией зерен $\leq 0,63$ мм), обросших кристаллическими образованиями. Структура скола ГЗ – агрегатно- или блочно-ритмическая с образованием отдельных блоков-агрегатов из чешуйчатых поликристаллов. Необходимо отметить, что при формировании ГЗ (0,63+10%ПЦ) комплектуется высокопористая структура с размерами пор от 0,3 до 0,6 мм (рисунок 3.19, 1000 мкм). Стенки таких воздушных пор покрываются сплошной плотной пленкой новообразований, фильтрация воды через которую так же затруднена, как через основную плотную массу цементного камня. Наблюдается плотное зарастание кристаллоагрегатами (чешуйчатыми и призматическими поликристаллами) отдельных областей пор и первоначальных центров гидратации (рисунок 3.19, 10 мкм). Отчетливо видно, что в ходе гидратации на частицах кварцевого песка формируются параллельно ориентированные слои пластинчато-чешуйчатых поликристаллов, образованные из гидросиликатов кальция и алюминий содержащих минералов [141].

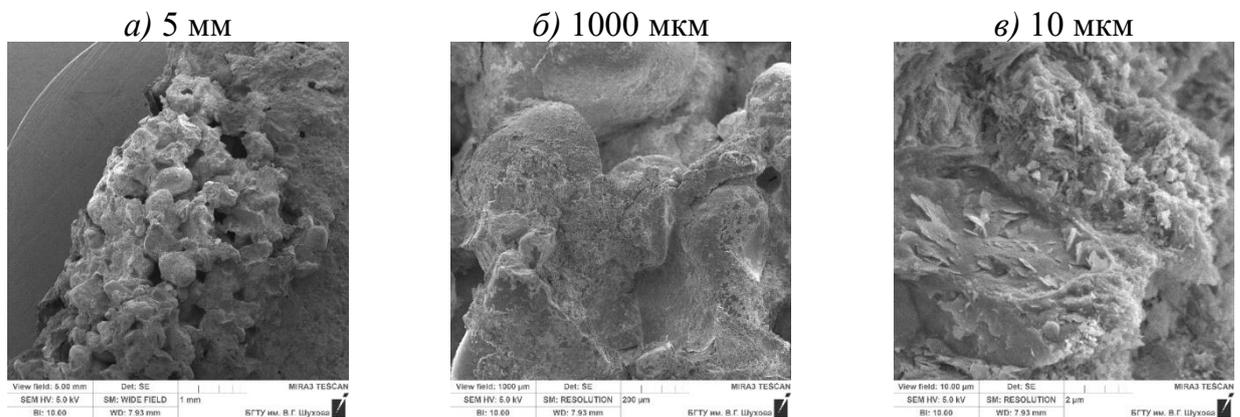


Рисунок 3.19 – Микроструктура поверхности скола гранулированных заполнителей 0,63+10%ПЦ в возрасте 28 сут, образец №2

При анализе микроструктуры изученных образцов (рисунок 3.18, 3.19) обнаружено наличие небольшого количества этtringита. При нормальных условиях твердения образование кристаллов этtringита происходит при ранних сроках гидратации вяжущего (в течение 24 ч), до тех пор пока гидратация минералов – силикатов не достигнет высокой концентрации гидроксида кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$, при которой рост кристаллообразования этtringита будет невозможным. Следует отметить, что рост кристаллов этtringита может привести к понижению физико-механических характеристик образцов-кубов. Позднее образование этtringита опасно и возможно в случае неполной гидратации трехкальциевого алюмината (C_3A) и четырехкальциевого алюмоферрита (C_4AF), которая может быть следствием активной гидратации C_3S с выделением $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [141].

Отмечается, что во всех образцах при микроструктурных исследованиях наблюдаются признаки метасоматизма [98], при котором одни минералы замещаются другими вследствие образования растворной смеси с ГЗ.

Следует отметить, что параллельная слоистость чешуйчатых поликристаллов на одних фотографиях просматривается четко, на других менее четко, а на третьих не просматривается. Результаты исследований, приведенные выше, показывают, что на процесс кристаллизации влияют даже очень малые структурные изменения как в компонентном составе, так и при изменении дисперсности кварцевого песка в ГЗ. Системный анализ полученных образцов свидетельствует о соответствии микроструктуры образцов их физико-механическим характеристикам.

Результаты испытаний образцов ГЗ с ВК-1. С целью изучения структурных связей образцов и комплексного влияния ГЗ в компонентном составе с вяжущим рассмотрены микроструктуры контактных зон и ГЗ сколов образцов.

Микроструктура сколов поверхностей гранулированных заполнителей и контактных слоев образцов с ГЗ на основе ВК-1 свидетельствует о наличии следующих структурных составляющих: кристаллические образования, тоберморитовый гель, поровое пространство, зерна вяжущего с незавершенной гидратацией. Наиболее существенными факторами, влияющими на формирование структуры компонентного состава образцов, являются химико-минералогический состав

клинкера, пористость ГЗ, тонкость измельчения и величина удельной поверхности вяжущей композиции, водовяжущее отношение, а также условия твердения. Исследования структуры сколов образцов производили на наиболее характерных участках: контактных зоны ГЗ и цементного теста; центральные участки ГЗ.

Микроструктурный анализ поверхности контактного слоя образцов (0,315+10%ВК-1) свидетельствует об активном прорастании кристаллической фазы. Мезоструктура контактного слоя в приближениях 5 мм и 1000 мкм (рисунок 3.20) – размытая, с высокой степенью интеграции цементного теста в структуру ГЗ. Кристаллическое структурообразование формируется отдельными блоками-агрегатами (рисунок 3.20, 10 мкм), образованными, преимущественно, параллельными слоями из пластинчатых, местами чешуйчатых поликристаллов. Параллельная слоистость выявляется в одних областях снимка очень четко, в других менее четко. Формирование одних блоков происходит при образовании параллельно сросшихся пластинок, обросших чешуйчатыми поликристаллами, других, при образовании беспорядочно ориентированных кристаллов гидросиликатов кальция призматической формы. Наблюдаются небольшие прорастания в порах игольчатых кристаллов (рисунок 3.20, 10 мкм), вероятнее всего, образованных при гидратации алюмосодержащих минералов (на основе C_3A) портландцемента [141].

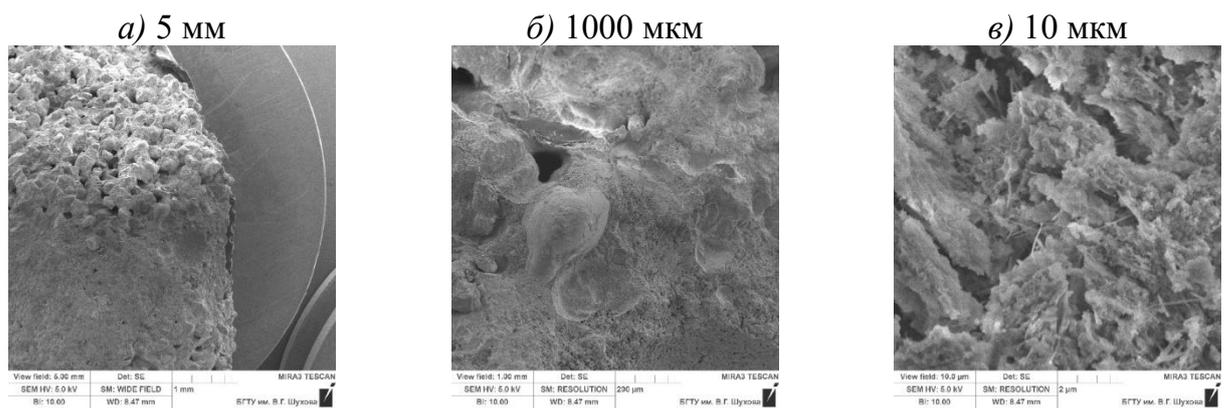


Рисунок 3.20 – Микроструктура контактного слоя гранулированных заполнителей 0,315+10%ВК-1 в возрасте 28 сут, образец №2

Микроструктура среза гранулированных заполнителей образца с шифром 0,315+10%ВК-1 (рисунок 3.21) образована из отдельных частиц заполнителя, связанных композиционным вяжущим ВК-1. ГЗ на основе ВК-1 имеет большое количество пор размерами от 100 до 500 мкм. Структура формирования кристалличе-

ских образований характеризуется, как блочно-ритмическая с ориентацией чешуйчатых поликристаллов в разных направлениях. По нашему мнению, наличие 10% наполнителя в композиционном составе вяжущего увеличивает содержание субмикроструктурных гидратных фаз, которые могут являться центрами гидратации, дополнительно связывать отдельные зерна гранулированных заполнителей и уплотнять структуру общей системы. На рисунке 3.21 (10 мкм) четко просматривается несколько видов формирования кристаллов: пластинчатых (чешуйчатых), образовавшихся при гидратации двухкальцевого (C_2S) и трехкальцевого (C_3S) силикатов; беспорядочно ориентированных игольчатых кристаллов гидросульфата алюмината кальция ($Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12} \cdot 26H_2O$) и гидросиликатов кальция; гексагональных пластинчатых кристаллов, формирующихся при гидратации четырехкальцевого алюмоферрита (C_4AF). Наблюдается зарастание поровых объемов игольчатыми кристаллическими новообразованиями. Структура ГЗ с шифром 0,315+10%ВК-1 отличается достаточно плотной компоновкой зерен заполнителя и блоков-агрегатов кристаллической фазы [141].

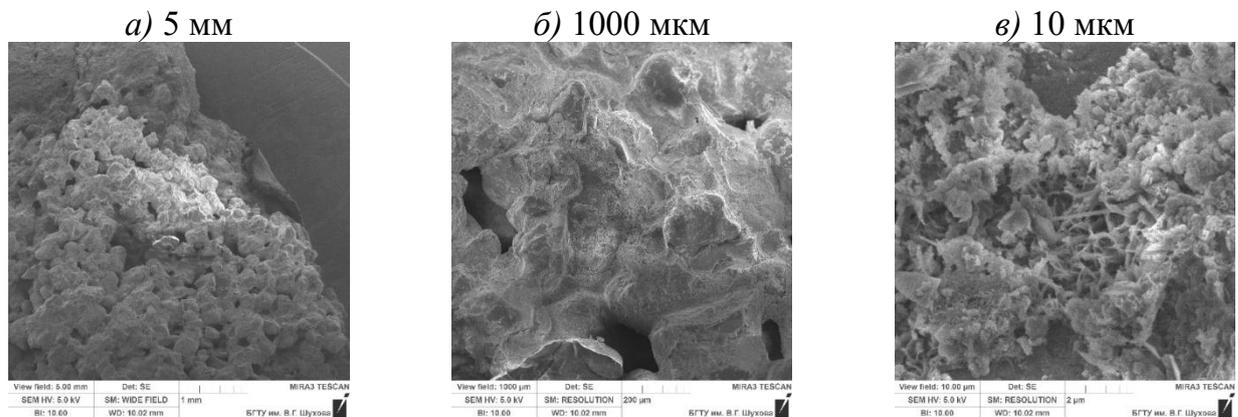


Рисунок 3.21 – Микроструктура поверхности скола гранулированных заполнителей 0,315+10%ВК-1 в возрасте 28 сут, образец №1

Известно, что на процесс кристаллизации влияют даже малые дозы примесей, поэтому с высокой точностью нельзя утверждать о каком-либо структурообразовании (кристаллизации) системы с портландцементом. Микроструктурный анализ определил некоторые закономерности и показал значительные изменения в формировании кристаллических фаз с использованием разных ГЗ. Изучение микроструктуры наглядно подтвердило полученные результаты физико-механических исследований.

Результаты испытаний образцов ГЗ с ВК-2. Исследование изменения зависимостей физико-механических показателей образцов с ГЗ на основе ВК-2 сопровождается изучением микроструктуры поверхностей и контактных зон разрушенных образцов.

Структура контактного слоя ГЗ шифром 0,63+10%ВК-2 (рисунок 3.22) представлена компактным расположением частиц заполнителя и цементного теста. Благодаря высокой пористости ГЗ (размеры пор от 0,01 до 0,5 мм) достигается достаточно большая степень интеграции цементного теста в структуру ГЗ с фракцией кварцевого песка $\leq 0,63$ мм, вследствие чего образуется плотная структура контактного слоя. Поверхность скола контактного слоя ГЗ и цементного теста наглядно показывает формирование кристаллической фазы вокруг частицы заполнителя. На рисунке 3.22 (10 мкм) отчетливо видно формирование пластинчатой формы кристаллов гидроалюминатов кальция с одновременным прорастанием чешуйчатых кристаллических новообразований гидросиликатов кальция. Структурный вид – блочно-ритмический с формированием разноориентированных блоков-агрегатов различной формы. Следует отметить, что плотность формирования кристаллов у поверхностей частиц заполнителя значительно выше, чем в общем объеме, что объясняется периодическим изменением концентрации раствора из-за различной диффузии воды к исходным зернам цемента через слой новообразований. Изучение зоны контактного слоя свидетельствует об активном зарастании микропор и уплотнении структуры кристаллическими образованиями [142].

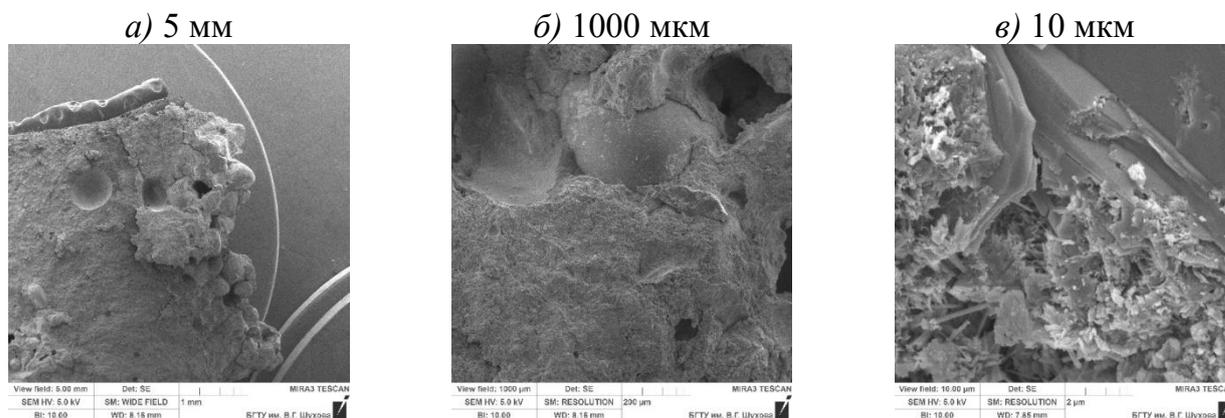


Рисунок 3.22 – Микроструктура контактного слоя гранулированных заполнителей 0,63+10%ВК-2 в возрасте 28 сут, образец №1

На микрофотографиях (рисунок 3.23) поверхности скола ГЗ с шифром 0,63+10%ВК-2 отчетливо видно формирование кристаллических образований в меж-

частичном пространстве ГЗ. Общий структурный вид ГЗ шифра 0,63+10%ВК-2 – агрегатно- или блочно-ритмический, с формированием блоков-агрегатов различной морфологии. По морфологическим признакам кристаллические образования в ГЗ подразделяются на несколько видов: первый – пластинчатые (чешуйчатые) поликристаллы гидросиликатов кальция, формирующиеся на поверхности частиц кварцевого песка; второй – блочно-агрегатные образования с формированием гексогональных пластинчатых кристаллов гидроалюминатов кальция, чешуйчатых поликристаллов гидросиликатов кальция, призматических игольчатых кристаллов эттрингита, а также (возможно) местами образование больших призматических кристаллов гидроксида кальция. Микроструктура ГЗ характеризуется, как пористая, с активным прорастанием игольчатых кристаллов эттрингита в межагрегатно-блочном пространстве. Формирование кристаллической структуры определяется разной направленностью. Следует отметить, что наибольшей прочностью при сжатии обладает образец с ГЗ шифра 0,63+10%ВК-2, что свидетельствует об эффективности применения кварцевого песка фр. $\leq 0,63$ мм, при использовании частиц которого формируются оптимальные структурные системы и поровые пространства [142].

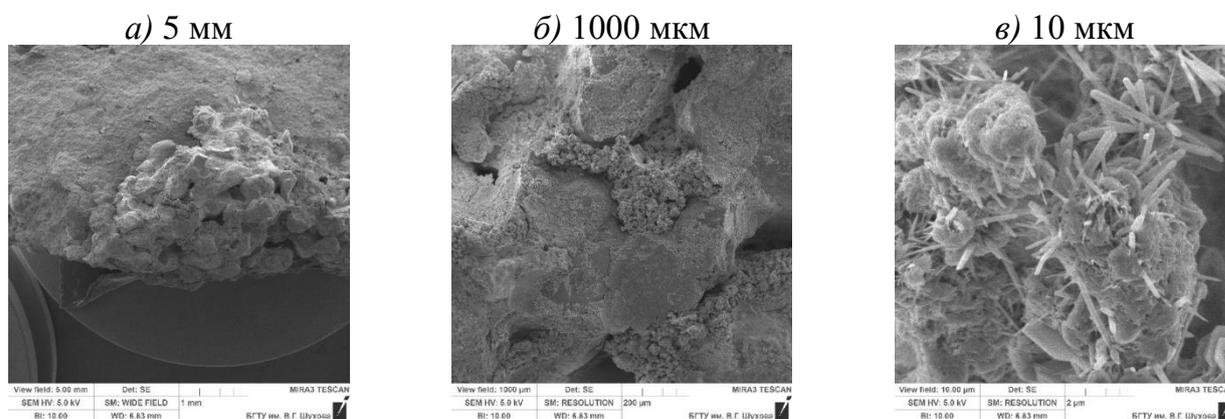


Рисунок 3.23 – Микроструктура поверхности скола гранулированных заполнителей 0,63+10%ВК-2 в возрасте 28 сут, образце №2

Рассматривая процессы гидратации разных ГЗ с вяжущей композицией ВК-2 и в различных контактных слоях следует отметить, что механизм гидратации во всех видах образцов одинаков. Отличие состоит только в скорости гидратации силикатов кальция, зависящей от тонкости измельчения и концентрации минералов клинкера в тех или иных зонах объема. Во всех случаях первоначально образуется алюмофер-

ритная структура, на фоне которой развивается силикатная [142]. В ходе исследования выявлен наиболее перспективный ГЗ с шифром 0,63+10%ВК-2.

Результаты испытаний образцов ГЗ с ВК-3. Поверхность контактного слоя ГЗ с шифром 0,63+15%ВК-3 в приближениях 5 мм и 1000 мкм (рисунок 3.24) характеризуется наличием зернистой мезоструктуры с наличием поровых пространств размерностью 0,01 – 0,5 мм. Шероховатая поверхность, угловатая форма частиц заполнителя, а также высокая пористость ГЗ увеличивают размерность контактного слоя, тем самым повышая интенсификацию и адгезию. Размеры контактного слоя находятся в пределах 1 – 1,3 мм. Микроструктура контактного слоя ГЗ шифра 0,63+15%ВК-3 состоит из отдельных блоков-агрегатов (рисунок 3.24, 10 мкм), образованных разноориентированными чешуйчатыми поликристаллами гидросиликатов кальция, игольчатыми кристаллами эттрингита, а также малыми призматическими кристаллами гидроксида кальция. Содержание 30%-го дисперсного минерального наполнителя в составе композиционного вяжущего ВК-3 обеспечивает формирование плотной структуры вследствие зарастания пор и образование дополнительных субмикроструктурных центров гидратации. Кристаллические новообразования формируются послойно, что объясняется периодическим изменением концентраций раствора из-за разной скорости диффузии водного раствора к исходным зернам вяжущего (портландцемента) через слой новообразований. Слоистость контактного слоя отчетливо видна при значительном увеличении [143].

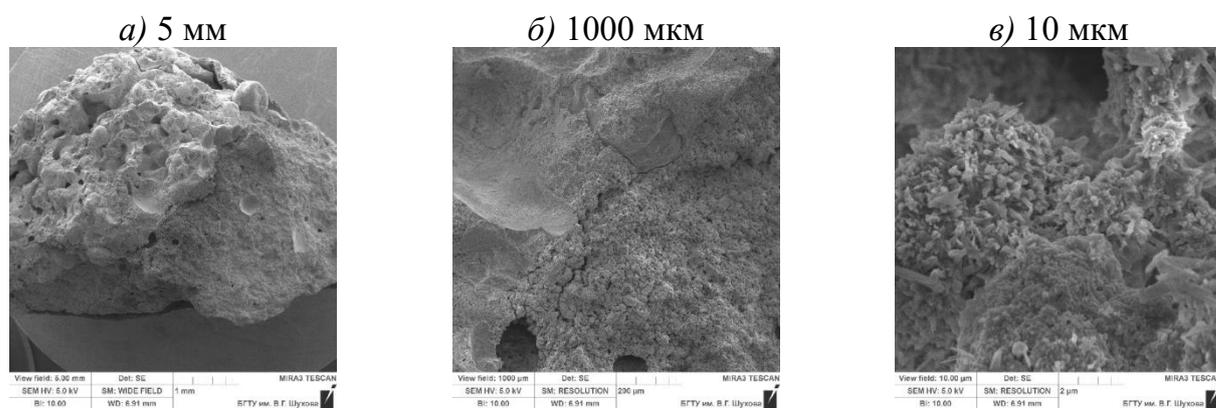


Рисунок 3.24 – Микроструктура контактного слоя гранулированных заполнителей 0,63+15%ВК-3 в возрасте 28 сут, образец №1

Микроструктурный анализ поверхностей скола ГЗ шифра 0,63+15%ВК-3 (рисунок 3.25) свидетельствует, что данный образец характеризуется значительным ко-

личеством пор размерами от 0,05 до 0,5 мм с одновременным плотным зарастанием межчастичного пространства и частиц заполнителя (кварцевого песка) кристаллами продуктов гидратации. Микроструктура ГЗ шифра 0,63+15%ВК-3 состоит из отдельных блоков-агрегатов (рисунок 3.25, 10 мкм). Блочно-ритмическая структура имеет различную морфологию. Одни блоки формируются из пластинчатых (чешуйчатых) поликристаллов гидросиликатов кальция, другие из гексагональных пластинчатых кристаллов гидроалюминатов кальция, третьи из удлиненных призматических кристаллов продуктов гидратации силикатов кальция. В результате геометрического отбора установлены образования параллельно направленными друз кристаллов. Установлены малые образования игольчатых кристаллов эттрингита. Плотная структура зарастания межчастичного пространства определяет высокие физико-механические характеристики образцов при сжатии [143].

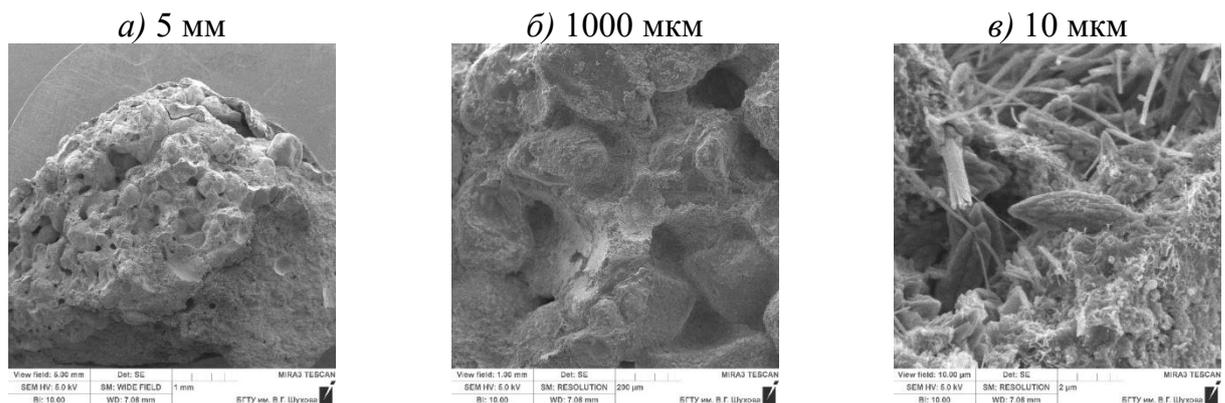


Рисунок 3.25 – Микроструктура поверхности скола гранулированных заполнителей 0,63+15%ВК-3 в возрасте 28 сут, образец №2

Анализируя вышеизложенное, отмечается четкая связь между микроструктурой ГЗ и физико-механическими характеристиками образцов. Установлено, что вяжущая композиция ВК-3 при гидратации образует плотную кристаллическую структуру с активным зарастанием пор и формированием дополнительных центров гидратации за счет содержания в компонентном составе частиц кварцевого песка.

Таким образом, опираясь на химический и гранулометрические составы вяжущего и заполнителей, физико-механические характеристики образцов при сжатии, микроструктуру сколов поверхностей образцов, а также учитывая сложность распределения ВК-3 по объему кварцевого песка в ГЗ рекомендуется для дальнейших исследований применять образец с шифром 0,63+15%ВК-3.

3.3 Построение и анализ математических моделей гранулированных заполнителей

На основании плана разрабатываемых рецептов для формирования ГЗ (таблица 3.5) выполнено математическое планирование эксперимента с целью достижения максимальной точности измерений при минимальном количестве проведенных опытов и сохранении статистической достоверности результатов экспериментов [139-140].

Для проведения планирования эксперимента составили ряд таблиц (таблицы 3.11 - 3.13). В каждой таблице приведены рецепты ГЗ на различных фракциях песка.

Таблица 3.11 – Рецептуры гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм

№ рецептуры	x_0	x_1 - % вяжущего	x_2 - % песка	x_3 - % кварцевого песка в составе вяжущей композиции	x_4 - % воды
1	1	3,744	79,04	0,416	16,8
2	1	7,623	76,23	0,847	15,3
3	1	11,4885	72,335	1,2765	14,9
4	1	3,312	78,66	0,828	17,2
5	1	6,688	75,24	1,672	16,4
6	1	10,152	71,91	2,538	15,4
7	1	2,884	78,28	1,236	17,6
8	1	5,754	73,98	2,466	17,8
9	1	8,8095	71,315	3,7755	16,1

Таблица 3.12 – Рецептуры гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,315$ мм

№ рецептуры	x_0	x_1 - % вяжущего	x_2 - % песка	x_3 - % кварцевого песка в составе вяжущей композиции	x_4 - % воды
1	1	3,78	79,8	0,42	16,0
2	1	7,731	77,31	0,859	14,1
3	1	11,691	73,61	1,299	13,4
4	1	3,344	79,42	0,836	16,4
5	1	6,784	76,32	1,696	15,2
6	1	10,332	73,185	2,583	13,9
7	1	2,9155	79,135	1,2495	16,7
8	1	5,852	75,24	2,508	16,4
9	1	8,9775	72,675	3,8475	14,5

Таблица 3.13 – Рецептуры гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,63$ мм

№ рецептуры	x_0	x_1 - % вяжущего	x_2 - % песка	x_3 - % кварцевого песка в составе вяжущей композиции	x_4 - % воды
1	1	3,996	84,36	0,444	11,2
2	1	8,1	81,0	0,9	10,0
3	1	12,258	77,18	1,362	9,2
4	1	3,548	84,265	0,887	11,3
5	1	7,16	80,55	1,79	10,5
6	1	10,86	76,925	2,715	9,5
7	1	3,0975	84,075	1,3275	11,5
8	1	6,209	79,83	2,661	11,3
9	1	9,4605	76,585	4,0545	9,9

С целью проведения планирования эксперимента выбраны уровни варьирования, которые представляют собой минимальные, средние и максимальные возможные значения для каждого из признаков. Условия планирования эксперимента ГЗ на основе песков разных фракций ($\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм) представлены в таблицах 3.14 – 3.16. В нашем случае уровни варьирования определены по следующим признакам: вязущее, процент содержания кварцевого песка в вязущем, общее количество песка и вода. Следует отметить, что для упрощения создания математической модели и проведения ее анализа по влиянию различных фракций песка и вязущих композиций количество воды при расчетах не учитывали.

Таблица 3.14 - Условия планирования эксперимента для песков фракций $\leq 0,16$ мм

Фактор		Уровень варьирования				
Натуральный вид	Кодированный вид	- 1	-0,5	0	+ 0,5	+1
Вязущее	x_1	2,884	5,754	7,623	10,152	11,4885
Песок	x_2	71,315	71,91	75,24	78,28	79,04
Кварцевый песок	x_3	0,416	0,847	1,672	2,538	3,7755

Таблица 3.15 - Условия планирования эксперимента для песков фракций $\leq 0,315$ мм

Фактор		Уровень варьирования				
Натуральный вид	Кодированный вид	- 1	- 0,5	0	+ 0,5	+1
Вязущее	x_1	2,9155	5,852	7,731	10,332	11,691
Песок	x_2	72,675	75,24	76,32	77,31	79,8
Кварцевый песок	x_3	0,42	0,859	1,696	2,583	3,8475

Таблица 3.16 - Условия планирования эксперимента для песков фракций $\leq 0,63$ мм

Фактор		Уровень варьирования				
Натуральный вид	Кодированный вид	- 1	- 0,5	0	+ 0,5	+1
Вязущее	x_1	3,0975	4,465	8,1	9,4605	12,258
Песок	x_2	76,585	77,18	79,83	81,0	84,265
Кварцевый песок	x_3	0,444	0,9	1,79	2,715	4,0545

После составления таблиц уровней варьирования составляются три таблицы под названием «Рабочая матрица» для ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм, представляющие собой комбинации компонентов описанных в таблицах уровней варьирования. Каждая строка отдельно взятой таблицы представляет собой опыт, который проводим с аналогичными значениями компонентов, представленными в этой строке. Таблицы «Рабочая матрица» для ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм приведены в **приложении А**.

Далее необходимо для каждого условия планирования эксперимента составить таблицу «Матрица планирования», где каждый столбец называют вектором-столбцом, а строку – вектором-строкой. Таблицы «Матрицы планирования» для ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм приведены в **приложении Б**. Примечательно то, что записано в алгебраической форме, возможно представить графически. Отмечается, что в области определения факторов находится точка, соответствующая основному уровню, через которую проводят новые оси координат, параллельные осям натуральных значений факторов. Далее выбирают масштабы по новым осям так, чтобы интервал варьирования для каждого фактора равнялся единице. Тогда условия проведения опытов будут соответствовать вершинам квадрата при $k=2$, и вершинам куба при $k=3$. Центрами этих фигур является основной уровень, а каждая сторона равна двум интервалам. Номера вершин квадрата и куба соответствуют номерам опытов в матрице планирования. Площадь, ограниченная этими фигурами, является областью эксперимента.

Важным фактором при построении рабочей матрицы можно выделить, каким образом мы будем добавлять опыт в таблицу. После составления всех необходимых таблиц можно приступить к проведению опытов, а также расчётам. Все полученные данные описаны ниже.

Проведение планирования эксперимента. В качестве исходных данных были взяты случайные значения показателей прочности, которые отклоняются от среднего для i -го опыта на $\pm 1,5$ МПа (см. «Рабочая матрица», **приложение А**). Данные для проведения планирования эксперимента для ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$, $\leq 0,315$, $\leq 0,63$ мм представлены в матричной форме в **приложении В**.

Значения, приведенные в **приложении В**, получены случайным образом, поэтому можно утверждать, что мы имеем все возможные результаты прочности для смесей. Для определения критерия Фишера следует рассчитать дисперсию воспроизводимости S_i (3.1). Для подсчета среднеквадратичного отклонения i -го опыта выполнен расчет дисперсии воспроизводимости в параллельных опытах по формуле (3.2).

$$S_i^2 = \frac{\sum_1^n (y_{i,j} - \bar{y})^2}{n-1}; \quad (3.1)$$

$$S_{\{y\}}^2 = \frac{\sum_1^N \sum_1^n (y_{i,j} - \bar{y})^2}{N(n-1)} = \frac{\sum_1^N S_i^2}{N}, \quad (3.2)$$

где N – количество опытов в плане; n – количество параллельных измерений в каждом опыте; $y_{i,j}$ – значение выходного параметра в i -м опыте, j -м параллельном замере; \bar{y} – среднее значение выходного параметра в i -м опыте.

В результате расчетов получены значения дисперсий воспроизводимости для ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм, представленные в таблице 3.17.

Таблица 3.17 – Значения дисперсий воспроизводимости для гранулированных заполнителей на основе песков разных фракций

Фракция песка, мм	Дисперсия воспроизводимости
$\leq 0,16$	0,899
$\leq 0,315$	0,967
$\leq 0,63$	0,981

Для дальнейших вычислений необходимо описать область оптимума, т.е. найти оптимальные значения для y . Для расчета используем композиционное ротатбельное равномер-планирование второго порядка формулы (3.3) – (3.6) для нахождения коэффициентов, представленных ниже. При ротатбельном планировании второго порядка обычно велик объём вычислительных работ на стадии обработки экспериментальных результатов. Для облегчения расчётов используем упрощённый вариант для случаев с определённым числом факторов.

$$b_0 = a_1 \sum_1^N y_u - a_2 \sum_1^k \sum_1^N x_{iu}^2 y_u; \quad (3.3)$$

$$b_i = a_3 \sum_1^N x_{iu} y_u; \quad (3.4)$$

$$b_{ij} = a_4 \sum_1^n x_{iu} x_{ju} y_u; \quad (3.5)$$

$$b_{ii} = a_5 \sum_1^N x_{iu}^2 y_u + a_6 \sum_1^k \sum_1^N x_{iu}^2 y_u - a_7 \sum_1^N y_u, \quad (3.6)$$

где $a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7$ – коэффициенты, значения которых выбираются из таблицы 3.18; $b_0 \dots b_i \dots b_{ij} \dots b_{ii}$ – коэффициенты регрессии; y_u – прочность, u – индекс, который меняется от 1 до N , N – это количество опытов; x_{iu} – значение из матрицы планирования i меняется от 1 до k , где k – количество факторов (песок, кварцевый песок, вяжущее).

С учетом общеизвестной технологии расчета в рамках планирования второго порядка необходимо вычислить коэффициенты a_i из таблицы 3.18.

Для оптимизации полученных математических моделей и специфичности выходных параметров принято решение вычислить параметры (содержащиеся в таблице) на наиболее подходящие для наших математических моделей. В таблице 3.19 представлены полученные коэффициенты a_i . Получаем коэффициенты регрессии для математической модели, представленные в таблице 3.20.

Таблица 3.18 – Значения коэффициентов a_i , неиспользуемых для расчёта коэффициентов регрессии при ротатбельном планировании второго порядка

Число факторов	Число опытов (N)	Коэффициент						
		a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	a_7
2	13	0,2000	0,1000	0,1250	0,2500	0,1250	0,0187	0,1000
3	20	0,1663	0,0568	0,0732	0,1250	0,0625	0,0069	0,0568
4	31	0,1428	0,0357	0,0417	0,0625	0,0312	0,0036	0,0357
5*	32	0,1591	0,0341	0,0417	0,0625	0,0312	0,0028	0,0341
5	52	0,0988	0,0191	0,0231	0,0312	0,0156	0,0015	0,0191
6*	53	0,1108	0,0187	0,0231	0,0312	0,0156	0,0012	0,0187
6	91	0,0625	0,0098	0,0125	0,0156	0,0078	0,0005	0,0098
7*	92	0,0730	0,0098	0,0125	0,0156	0,0078	0,0005	0,0098
7	163	0,0398	0,0052	0,0066	0,0078	0,0039	0,0002	0,0052

Таблица 3.19 – Значения коэффициентов a_i

Фракция песка, мм	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	a_7
$\leq 0,16$	0,0256	0,0044	0,0210	0,0310	0,0282	0,000002	0,0176
$\leq 0,315$	0,0257	0,0044	0,0209	0,0410	0,0280	0,000002	0,0176
$\leq 0,63$	0,0269	0,0047	0,0141	0,0217	0,0287	0,000002	0,0175

Таблица 3.20 – Коэффициенты регрессии

Фракция песка, мм	Коэффициент регрессии									
	x_0	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	x_1^2	x_2^2	x_3^2
$\leq 0,16$	15,518	4,418	-1,642	-1,377	-2,495	0,103	-1,288	-0,707	-0,081	-0,578
$\leq 0,315$	17,987	2,931	-2,443	-3,268	-2,727	1,253	-0,319	-2,427	-0,581	-0,134
$\leq 0,63$	19,201	1,227	-1,606	-0,673	-3,176	1,269	-0,775	-1,426	-0,109	-0,066

Необходимо проверить качество математической модели. Для этого подставляем значения из матрицы планирования в наши уравнения. С целью получения положительных результатов и их анализа введем следующие обозначения: \bar{y} – среднее значение, полученное опытным путем для i -й смеси; \hat{y} – значение, полученное математической моделью для i -й смеси; Δy – разница между фактическим и полученным значениями математической моделью. Результаты уравнений регрессии представлены в **приложении Г**.

Проанализировав данные, полученные в процессе расчета, можно утверждать, что наши математические модели попадают под критерий Фишера. Оценка адекватности модели основана на сравнении величины дисперсии адекватности с дисперсией ошибки опыта. Дисперсия адекватности определяется по формуле (3.7).

$$S_{ag}^2 = \frac{\sum_1^N (\bar{y} - \hat{y})^2}{N - (k + 1)} = \frac{\sum_1^N \Delta y^2}{N - (k + 1)}, \quad (3.7)$$

где $N - (k + 1)$ – число степеней свободы.

Для нашей математической модели использовали доверительную вероятность 0,9 согласно таблице «Стьюдента». Для данной доверительной вероятности значения критерия Фишера равно 15,98. При этом необходимо, чтобы выполнялось условие $F_{расч.} \leq F_{табл.}$, если условие выполняется, то модель считается адекватной. Из данных, представленных в таблице 3.21, видим, что все модели адекватны, однако требуют улучшений.

Таблица 3.21 – Значения дисперсии адекватности и адекватности математической модели

Фракция песка, мм	Дисперсия адекватности	Критерий адекватности Фишера
$\leq 0,16$	8,054	8,955
$\leq 0,315$	13,15	13,60
$\leq 0,63$	13,898	14,162

Оптимизация математической модели. Оптимизация математической модели выполнялась с целью увеличения точности расчетов. Система оптимизации математической модели представлена в **приложении Д**.

Подведение итогов и анализ полученных результатов. Необходимо пояснить физический смысл и дать анализ, полученных математических моделей. Составим финальные уравнения регрессии при условиях наличия границ доверительных интервалов, полученных по формуле (3.8).

$$\Delta b_i = \pm \frac{t \cdot S_{\{y\}}}{\sqrt{N}}, \quad (3.8)$$

где t – коэффициент, определяемый по специальным таблицам критических точек распределения Стьюдента; $S_{\{y\}}$ – исправленное среднее квадратическое отклонение.

Доверительный интервал с определенной вероятностью содержит неизвестное значение оцениваемой величины. Чем шире интервал, тем выше точность. В таблице 3.22 представлены вычисленные значения границ доверительных интервалов.

Таблица 3.22 – Значения границ доверительных интервалов для математических моделей

Фракция песка, мм	Δb_i
$\leq 0,16$	$\pm 0,261$
$\leq 0,315$	$\pm 0,271$
$\leq 0,63$	$\pm 0,285$

С учетом значений границ доверительных интервалов получены уравнения регрессии (3.9) – (3.11).

Уравнение регрессии для ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,16$ мм:

$$\hat{y} = 15,518 + 4,418 \times x_1 - 1,642 \times x_2 - 1,377 \times x_3 - 2,495 \times x_1 \times x_2 - 1,288 \times x_2 \times x_3 - 0,707 \times x_1^2 - 0,578 \times x_3^2. \quad (3.9)$$

Уравнение регрессии для ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,315$ мм:

$$\hat{y} = 17,987 + 2,931 \times x_1 - 2,443 \times x_2 - 3,268 \times x_3 - 2,727 \times x_1 \times x_2 + 1,253 \times x_1 \times x_3 - 0,319 \times x_2 \times x_3 - 2,427 \times x_1^2 - 0,581 \times x_2^2. \quad (3.10)$$

Уравнение регрессии для ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,63$ мм:

$$\hat{y} = 19,201 + 1,227 \times x_1 - 1,606 \times x_2 - 0,673 \times x_3 - 3,176 \times x_1 \times x_2 + 1,269 \times x_1 \times x_3 - 0,775 \times x_2 \times x_3 - 1,426 \times x_1^2. \quad (3.11)$$

Из полученных уравнений регрессии можно сделать краткий вывод: чем больше коэффициент, тем значимее признак. Общей тенденцией является коэффициент x_0 , который отражает близкое среднее значение для представленных значений прочностей.

Для ГЗ на основе фр. песка $\leq 0,16$ мм следует отметить, что комбинация вяжущего и песка ($x_1 \times x_2$) существенно влияет на прочность ГЗ. Замечено, что комбинация песка ГЗ и кварцевого песка, добавленного в вяжущее ($x_2 \times x_3$), также оказывают небольшое влияние на прочность ГЗ. Главным компонентом, влияющим на итоговую прочность в ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,16$ мм, является вяжущее (x_1).

Анализируя полученное уравнение регрессии для ГЗ на основе фр. песка $\leq 0,315$ мм, выделяются следующие комбинации компонентов, активно влияющих

на итоговую прочность ГЗ: комбинация вяжущего и песка ($x_1 \times x_2$); комбинация вяжущего и кварцевого песка, добавленного в вяжущее ($x_1 \times x_3$). Отмечается, что влияние кварцевого песка в составе вяжущего на итоговую прочность ГЗ значительное. Данный факт говорит о том, что составы ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,315$ мм в дальнейших исследованиях лучше не использовать, так как вяжущая композиция отличается нестабильностью распределения частиц по объему ГЗ, а также высок риск получения брака в процессе экструзионного формования.

С учетом уравнения регрессии для ГЗ на основе фр. $\leq 0,63$ мм наблюдается значительное влияние на прочность образцов комбинации вяжущего и песка ($x_1 \cdot x_2$), средний уровень влияния на прочность установлен в комбинации материалов вяжущего и кварцевого песка в составе вяжущего ($x_1 \times x_3$).

Во всех уравнениях регрессии главным компонентом, влияющим на итоговые прочностные показатели ГЗ, является вяжущее (x_1).

С целью подведения итогов представим графически результаты математического анализа в виде номограмм (рисунки 3.26 – 3.28). Диапазоны значений номограмм приведены в таблицах 3.14 – 3.16. На рисунках 3.26 – 3.28 представлены номограммы для ГЗ с минимальным, средним и максимальным содержанием песка (x_2), соответствующие уровням варьирования в таблице 3.14. По оси X расположим значения для x_1 (содержание вяжущего); по оси Y расположим x_3 (содержание кварцевого песка в вяжущем); по оси Z прочностные показатели образцов, МПа.

Анализ номограмм (рисунок 3.26) показывает, что наиболее высокими прочностными показателями обладают ГЗ на основе песков фр. $\leq 0,16$ мм с минимальным добавлением песка (рисунок 3.26, а). На всех номограммах для ГЗ на основе песков фр. $\leq 0,16$ мм наблюдается рост прочности при увеличении добавления вяжущего в состав. Наиболее перспективным составом считается состав с минимальным содержанием песка (71,315% от общей массы), максимальным содержанием вяжущего (11,4885% от общей массы) и кварцевого песка в составе вяжущей композиции (3,7755% от общей массы).

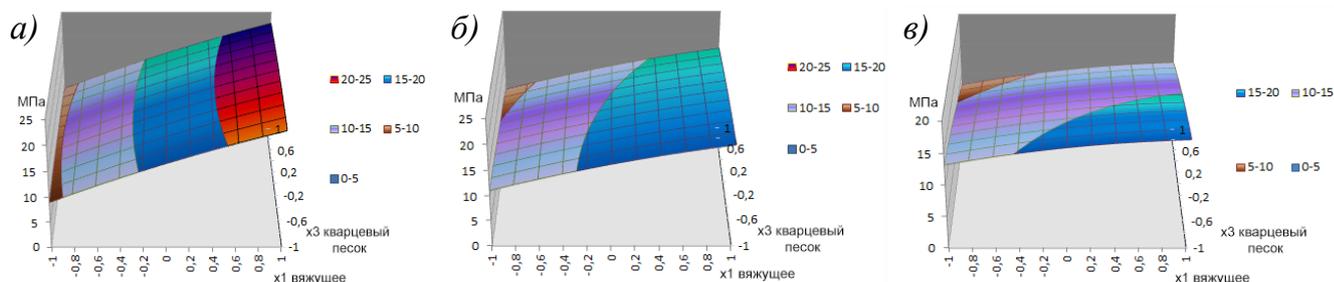


Рисунок 3.26 – Номограмма зависимости прочности при сжатии образца ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,16$ мм от процентных добавлений вяжущего (x_1) и кварцевого песка, в составе вяжущего (x_3) при добавлении песка: *a* - минимальном ($x_2 = -1$); *б* - среднем ($x_2 = 0$); *в* - максимальном ($x_2 = +1$)

Смеси для ГЗ на основе песков фр. $\leq 0,315$ мм характеризуются малыми показателями прочности (рисунок 3.27). Наиболее перспективной смесью ГЗ на основе песков фр. $\leq 0,315$ мм является смесь с наименьшим содержанием песка ($x_2 = 72,675\%$). Анализируя графики на рисунке 3.27 наблюдается ряд зависимостей: при увеличении содержания кварцевого песка (x_3) снижаются прочностные показатели; при увеличении содержания вяжущего (x_1) повышаются прочностные показатели.

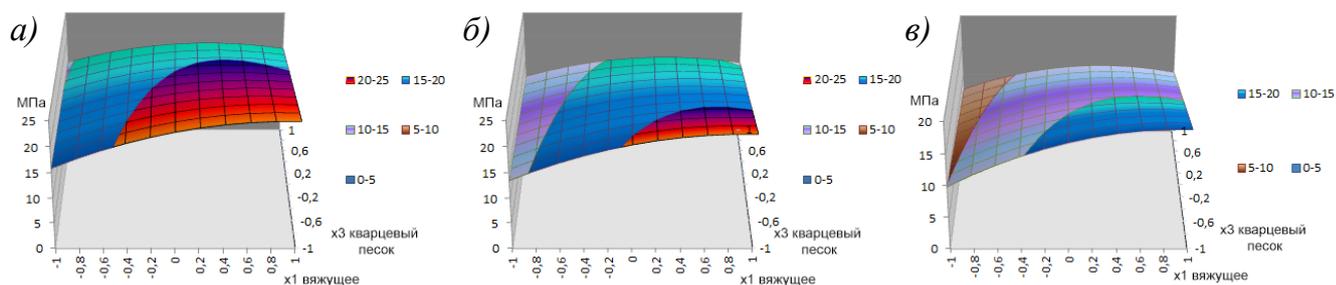


Рисунок 3.27 – Номограмма зависимости прочности при сжатии образца ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,315$ мм от процентных добавлений вяжущего (x_1) и кварцевого песка, в составе вяжущего (x_3) при добавлении песка: *a* - минимальном ($x_2 = -1$); *б* - среднем ($x_2 = 0$); *в* - максимальном ($x_2 = +1$)

Анализ рисунка 3.28 свидетельствует о плавном равномерном распределении прочностных показателей при расходе вяжущего и кварцевого песка в составе вяжущей композиции. При минимальном добавлении песка x_2 (рисунок 3.28, *a*) наблюдается рост прочностных показателей с учетом увеличения дозировки вяжущего (x_1) и кварцевого песка в составе вяжущей композиции (x_3), когда как при среднем и максимальном добавлении песка (x_2) (рисунок 3.28, *б*, *в*) рост прочностных показателей происходит с учетом снижения дозировки вяжущего (x_1) и кварцевого песка в составе вяжущей композиции (x_3).

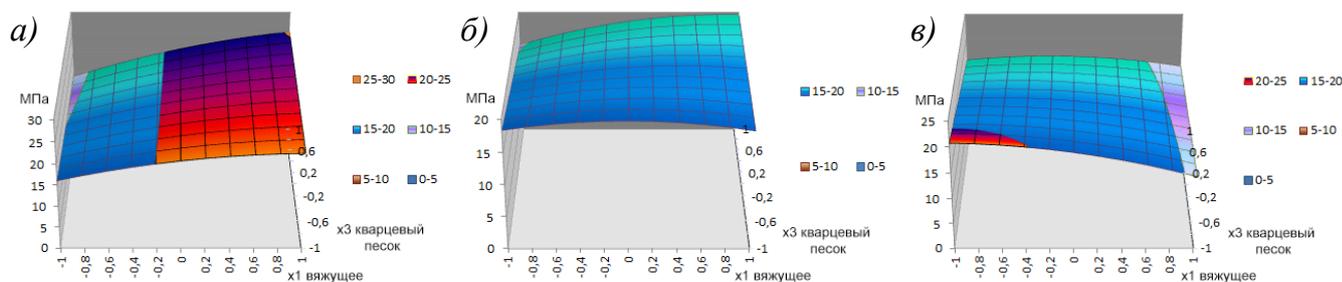


Рисунок 3.28 – Номограмма зависимости прочности при сжатии образца ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,63$ мм от процентных добавлений вяжущего (x_1) и кварцевого песка, в составе вяжущего (x_3) при добавлении песка: *a* - минимальном ($x_2 = -1$); *б* - среднем ($x_2 = 0$); *в* - максимальном ($x_2 = +1$)

Таким образом, проведенный анализ математических моделей показал, что наилучшим составом ГЗ является состав, приготовленный на основе песка фр. 0,63 мм, обеспечивающий стабильное повышение прочностных показателей, при наибольшей экономии вяжущего, что позволяет рекомендовать его для использования в дальнейших исследованиях. В результате проведенных исследований написан ряд научно-исследовательских работ [144, 145].

3.4 Выводы по главе 3

1. В результате механоактивации в вихревой струйной мельнице получены эффективные вяжущие композиции, с нормальной плотностью от 26 до 38%, в зависимости от содержания кварцевого песка, что обусловлено повышенной удельной поверхностью от 605 до 653 м²/кг, со сроками начала схватывания от 129 до 138 мин. Прочности при сжатии вяжущих композиций в возрасте 28 сут составляют для: ВК-1 = 69,5 МПа; ВК-2 = 66,3 МПа; ВК-3 = 57,7 МПа.

2. На основе проведенных исследований с использованием вяжущей композиции ВК-1 и песков различных фракций $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм установлено, что наилучшим составом является состав 0,315+10%ВК-1 с прочностью при сжатии в возрасте 28 сут 25,45 МПа, при этом создается достаточная обмазка цементным камнем, что обеспечивает высокие физико-механические характеристики.

Установлено, что наилучшим составом является состав 0,63+10%ВК-2, обеспечивающий прочность 34,38 МПа, полученный на основе вяжущих композиций ВК-2 и применяемых песков фракций $\leq 0,63$ мм.

На основании проведенных исследований с использованием вяжущей композиции ВК-3 и песков различных фракций $\leq 0,16$; $\leq 0,315$; $\leq 0,63$ мм установлено, что наилучшим составом является состав 0,63+15%ВК-3, обеспечивающий прочность 32,23 МПа.

3. Анализ микроструктуры гранулированных заполнителей подтверждает полученные результаты всех прочностных показателей. Изучение микроструктуры показало особенности протекания процессов гидратации при формировании ГЗ различного состава. Микроструктура контактных слоев гранулированных заполнителей с цементным тестом представлена основными структурообразующими элементами: кристаллический сросток, не до конца гидратированные зерна портландцемента, тоберморитовый гель, поровое пространство, зерна наполнителя и зерна заполнителя. По всему объему ГЗ пористое пространство плотно зарастает мелкодисперсными кристаллическими фазами, что прогнозирует получение образцов высокой прочности. Выявлено, что все частицы заполнителя во всех видах образцов покрыты субмикроструктурными образованиями в виде бахромы, что свидетельствует о наличии дополнительных гидратных фаз, уплотняющих структуру образцов, что, в конечном счете, подтверждается результатами физико-механических испытаний. Установлено, что плотность кристаллических образований, отображающих микроструктуру образцов, напрямую влияет на физико-механические показатели композитов. Установлено, что состав с шифром 0,63+15%ВК-3 с прочностью при сжатии 32,23 МПа, характеризуется стабильностью свойств и рекомендуется для использования при приготовлении строительных растворов специального назначения.

4. Полученные результаты в процессе расчета показывают, что математические модели попадают под критерий Фишера. Оценка адекватности модели проводилась на сравнении величины дисперсии адекватности с дисперсией ошибки опыта. Математическая модель имеет доверительную вероятность 0,9; для которой доверительная вероятность значения критерия Фишера равно 15,98. При этом выполнено условие $F_{\text{расч.}} \leq F_{\text{табл.}}$, что свидетельствует об адекватности модели. Проведенный анализ математических моделей показал, что наилучшим составом ГЗ является состав, приготовленный на основе песка фр. 0,63 мм и ВК-3, обеспечивающий стабильное повышение прочностных показателей, при наибольшей экономии вяжущего, что позволяет рекомендовать его для использования в дальнейших исследованиях.

4 ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ВЯЖУЩИХ В РАЗЛИЧНЫХ ПОМОЛЬНЫХ АГРЕГАТАХ И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СВОЙСТВ

4.1 Получение композиционных вяжущих в различных помольных агрегатах

Создание композиционных вяжущих – актуальная задача при разработке закладочных смесей. Экономическая целесообразность и техническая эффективность компонентного состава: высокие физико-механические и требуемые реологические характеристики – основные показатели, которыми должно обладать разрабатываемое композиционное вяжущее (КВ). При разработке КВ необходимо обеспечить условия для развития плотной структуры заданного композита. С этой целью необходимо изучить ряд вариаций компонентных составов с последующим выявлением наиболее перспективного.

Разрабатываемые компонентные составы КВ состоят из портландцемента ЦЕМ 0 (ПЩ) и доменных гранулированных шлаков 2-го сорта (Ш) ГОСТ 3476-2019 (гл. 2, разд. 2.1) в определенных пропорциях и совместно размолотые в различных помольных агрегатах: вибрационной МВ-20 [114], вихревой струйной ВСМ-01 [116] и роторной шаровой с принудительным охлаждением мельницах РШМ-60-7 [117].

В данной работе ставится задача изучить особенности процессов гидратации КВ, приготовленных в различных помольных агрегатах, а также определить наиболее рациональные составы с требуемыми физико-механическими характеристиками.

4.1.1 Дисперсные характеристики композиционных вяжущих

Исследования дисперсных характеристик КВ проводили с целью определения гранулометрического состава и эффективности измельчения в различных помольных агрегатах. Помол производился в трех помольных агрегатах: МВ-20; ВСМ-01; РШМ-60-7.

Использование трех видов помольных мельниц обосновывается проведением сравнительно-аналитического анализа с возможностью выбора наиболее эффективного аппарата для измельчения КВ, а также изучения особенностей измельчения материала в них (форма и тонкость измельчения частиц).

В соответствии с поставленной целью разработан ряд компонентных составов КВ (таблица 4.1). Процент ввода Ш в компонентный состав КВ составил от 10 до 50% с шагом 10%. Во всех исследованиях проводилось совместное измельчение ПЦ с Ш.

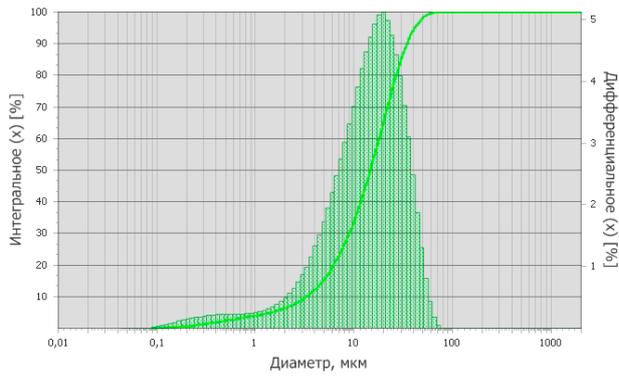
Гранулометрические исследования исходного сырья и полученных КВ (рисунок 4.1 – 4.3, таблица 4.1, 4.2) проводили с использованием лазерного дифракционного анализатора размера частиц Analysette 22 NanoTec plus (таблица 4.2). По ГОСТ 310.2-76 [103] определяли у КВ истинную плотность и удельную поверхность (таблица 4.1).

Сравнение гранулометрических составов бездобавочного ПЦ (ЦЕМ 0), прошедшего измельчение в различных помольных агрегатах, свидетельствует о высокой эффективности помола в роторной шаровой мельнице РШМ-60-7 ($S_{уд}=930 \text{ м}^2/\text{кг}$), менее эффективного помола в вибрационной МВ-20 ($S_{уд}=690 \text{ м}^2/\text{кг}$) и вихревой струйной мельницах ВСМ-01 ($S_{уд}=880 \text{ м}^2/\text{кг}$).

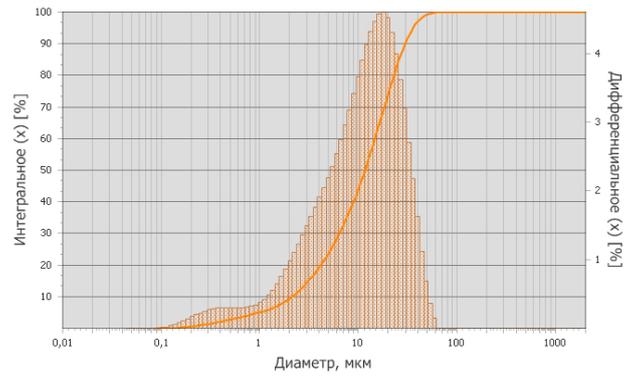
Таблица 4.1 – Составы и характеристики композиционных вяжущих

№ состава	Шифр	Состав	Удельная поверхность $S_{уд}$, $\text{м}^2/\text{кг}$	Истинная плотность, $\text{кг}/\text{м}^3$	Прирост удельной поверхности относительно исходного материала ПЦ0, %
Без помола (исходный материал)					
1	ПЦ0	ПЦ*	330	3300	0
Вибрационная мельница МВ-20					
2	КВ(ПЦ)1	ПЦ = 100%	690	3300	92
3	КВ(Ш)1	Ш = 100%	645	2900	-
4	КВ1.1	ПЦ/Ш = 90/10%	590	3260	64
5	КВ1.2	ПЦ/Ш = 80/20%	605	3220	68
6	КВ1.3	ПЦ/Ш = 70/30%	615	3170	70
7	КВ1.4	ПЦ/Ш = 60/40%	630	3100	75
8	КВ1.5	ПЦ/Ш = 50/50%	831	3040	130
Вихревая струйная мельница ВСМ-01					
9	КВ(ПЦ)2	ПЦ = 100%	887	3300	146
10	КВ(Ш)2	Ш = 100%	880	2900	-
11	КВ2.1	ПЦ/Ш = 90/10%	680	3260	89
12	КВ2.2	ПЦ/Ш = 80/20%	670	3220	86
13	КВ2.3	ПЦ/Ш = 70/30%	726	3170	102
14	КВ2.4	ПЦ/Ш = 60/40%	750	3100	108
15	КВ2.5	ПЦ/Ш = 50/50%	600	3040	67
Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7					
16	КВ(ПЦ)3	ПЦ = 100%	930	3300	158
17	КВ(Ш)3	Ш = 100%	910	2900	-
18	КВ3.1	ПЦ/Ш = 90/10%	985	3260	174
19	КВ3.2	ПЦ/Ш = 80/20%	960	3220	167
20	КВ3.3	ПЦ/Ш = 70/30%	933	3170	159
21	КВ3.4	ПЦ/Ш = 60/40%	920	3100	155
22	КВ3.5	ПЦ/Ш = 50/50%	948	3040	163

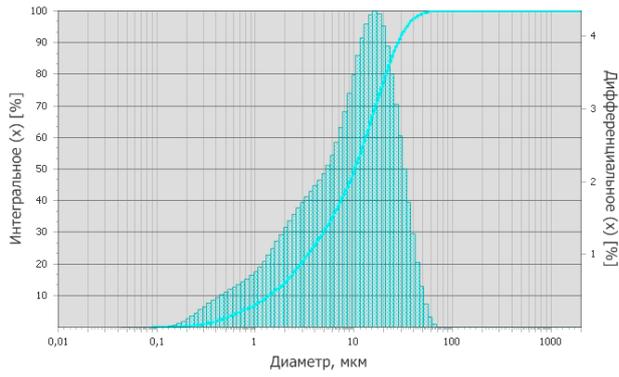
Примечание: * - портландцемент ЦЕМ 0 без помола



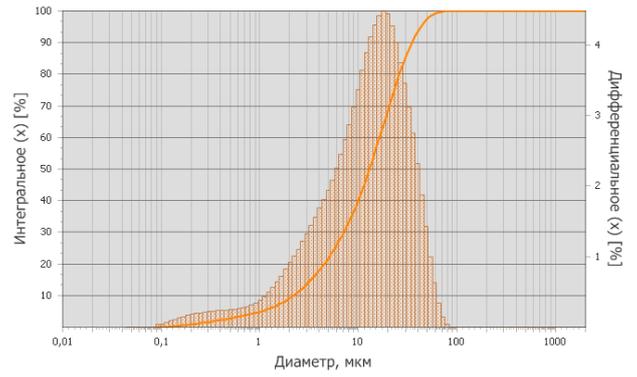
а) ПЦ0



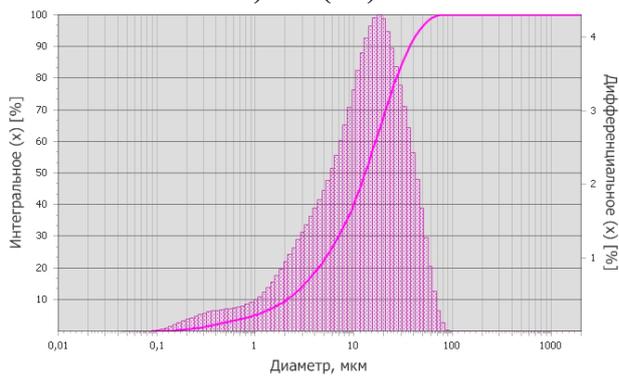
б) КВ(ПЦ)1



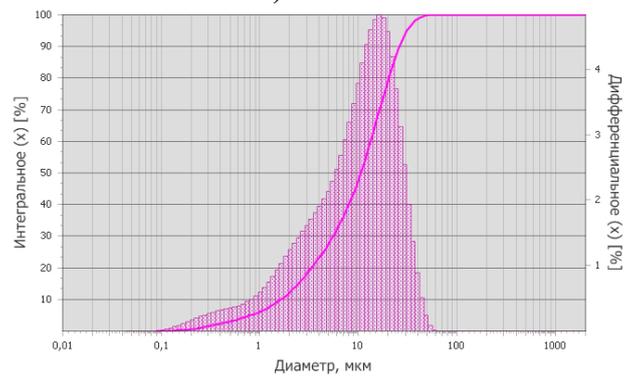
в) КВ(Ш)1



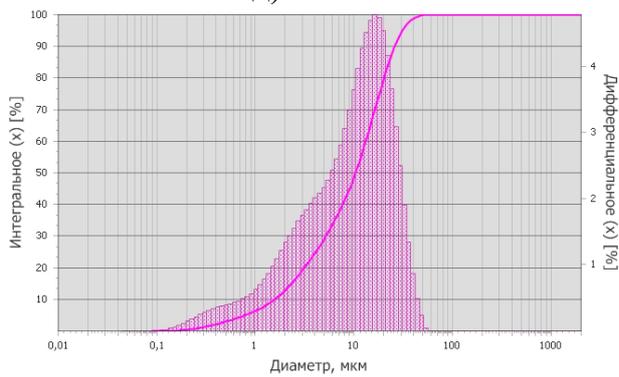
г) КВ1.1



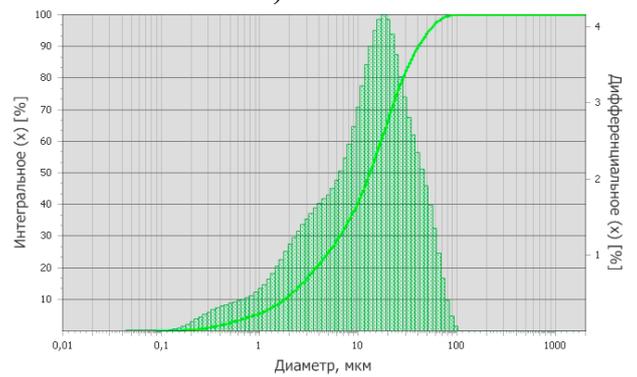
д) КВ1.2



е) КВ1.3

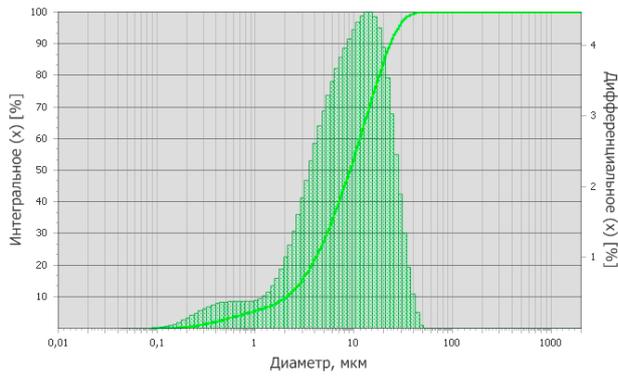


ж) КВ1.4

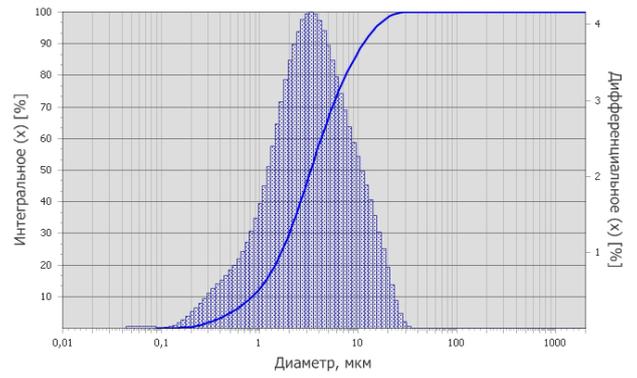


и) КВ1.5

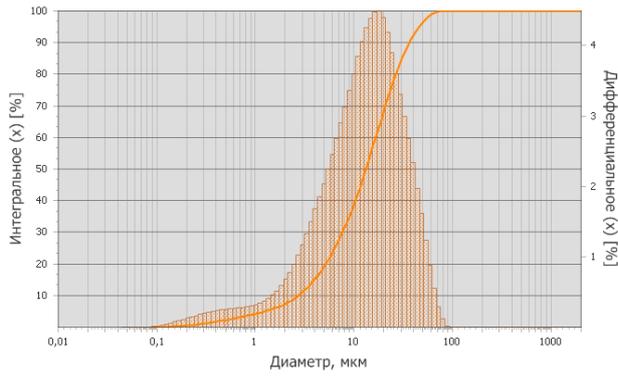
Рисунок 4.1 – Гранулометрический состав бездобавочного портландцемента и композиционных вяжущих, измельченных в вибрационной мельнице МВ-20



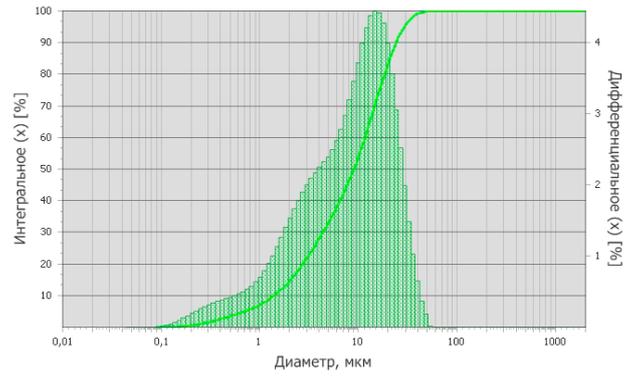
а) KB(ПЦ)2



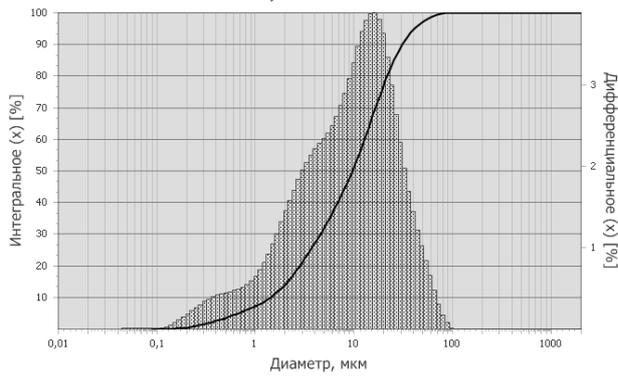
б) KB(Ш)2



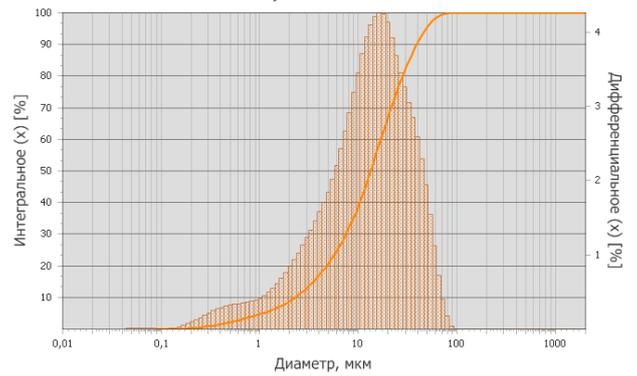
в) KB2.1



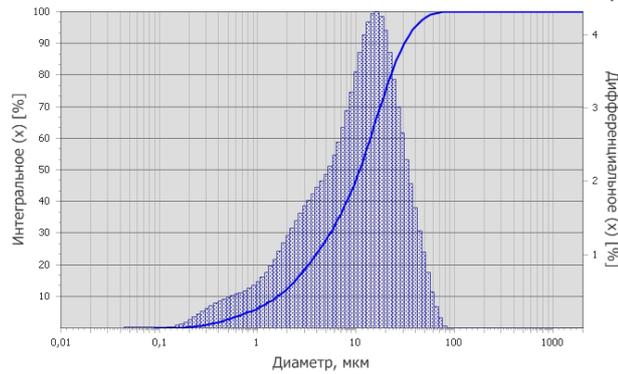
г) KB2.2



д) KB2.3

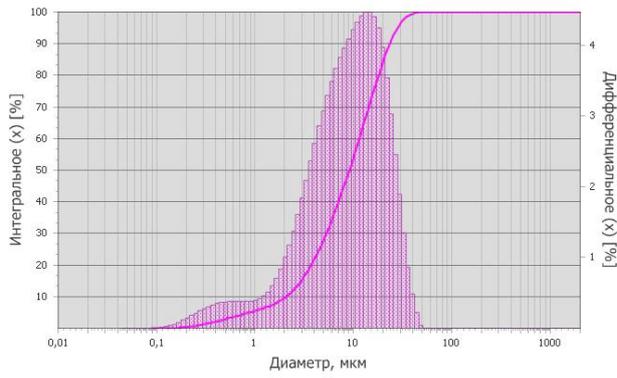


е) KB2.4

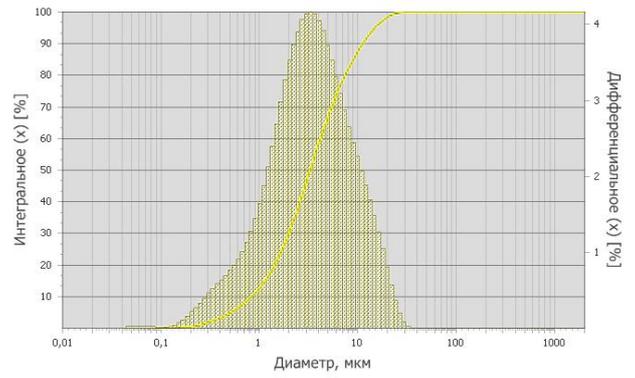


ж) KB2.5

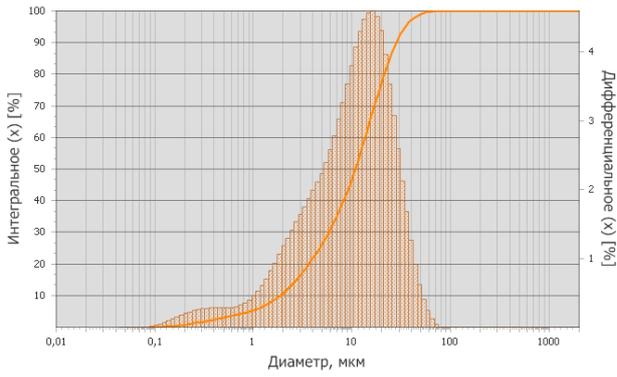
Рисунок 4.2 – Гранулометрический состав композиционных вяжущих, измельченных в вихревой струйной мельнице ВСМ-01



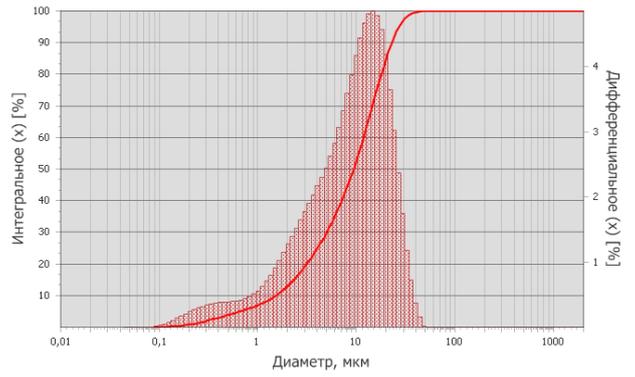
а) KB(ПЦ)3



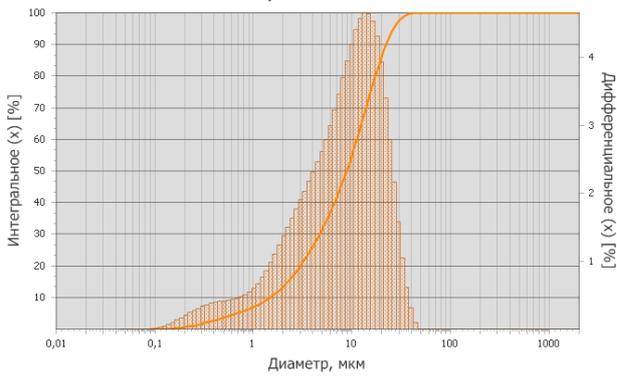
б) KB(Ш)3



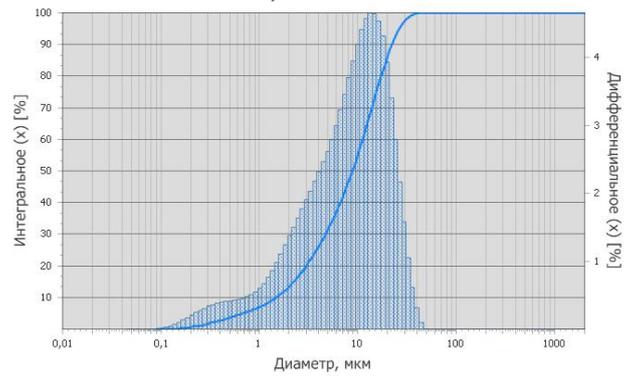
в) KB3.1



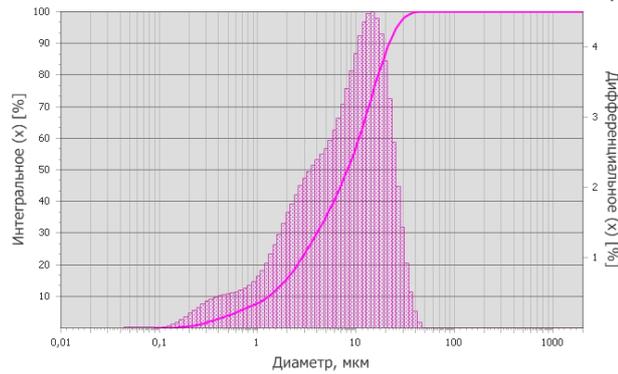
г) KB3.2



д) KB3.3



е) KB3.4



ж) KB3.5

Рисунок 4.3 – Гранулометрический состав композиционных вяжущих, измельченных в роторно-шаровой мельнице с принудительным охлаждением РШМ-60-7

Особый интерес представляло определение размолоспособности Ш в принятых мельницах. Исследования показали следующее распределение частиц различной размерности по объему:

- при измельчении в вибрационной мельнице, в диапазоне от 0,1 до 100 мкм $S_{уд}=645$ м²/кг;
- при измельчении в вихревой струйной мельнице, в диапазоне от 0,1 до 40 мкм $S_{уд}=880$ м²/кг;
- при измельчении в роторной шаровой мельнице, в диапазоне от 0,1 до 50 мкм $S_{уд}=910$ м²/кг.

Гидравлическая активность на поглощение СаО по методу И.Д. Запорожца Ш до помола составила 25 мг/г. При этом гидравлические активности Ш на поглощение СаО после измельчения в различных помольных агрегатах составили: для МВ-20 – 44 мг/г; для ВСМ-01 – 59 мг/г; для РШМ-60-7 – 87 мг/г.

Таблица 4.2 – Фракционный состав композиционных вяжущих, измельченных в различных помольных агрегатах

№ состава	Вид мельницы	Шифр	Фракционный состав, мкм							
			0,1-1	1-10	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60	60-100
1	Без помола	ПЦ, %	4,07	31,74	34,31	16,52	7,67	4,26	1,3	0,13
2	Вибрационная мельница МВ-20	КВ(ПЦ)1, %	5,17	40,68	32,11	13,6	5,47	2,48	0,38	0,11
3		КВ(Ш)1, %	7,36	43,81	30,37	11,62	4,35	2	0,34	0,14
4		КВ1.1, %	4,95	36,9	30,87	14,06	6,81	4,32	1,12	0,97
5		КВ1.2, %	5,18	36,79	29,82	13,49	6,85	4,81	1,45	1,61
6		КВ1.3, %	6,26	43,4	33,56	11,97	3,57	1,15	0,08	0,01
7		КВ1.4, %	6,49	44,05	33,03	11,82	3,49	1,08	0,04	0
8		КВ1.5, %	5,75	36,52	31,63	12,64	6,38	5,1	1,93	0,05
9		Вихревая струйная мельница ВСМ-01	КВ(ПЦ)2, %	5,64	49,51	31,53	9,55	3,31	0,46	0
10	КВ(Ш)2, %		13,08	75,56	10,26	0,97	0,13	0	0	0
11	КВ2.1, %		4,35	36,38	31,45	13,55	6,62	4,62	1,41	1,62
12	КВ2.2, %		7,32	48,41	30,96	9,78	2,7	0,82	0,01	0
13	КВ2.3, %		7,34	45,58	27,35	10,09	4,25	2,89	0,98	1,52
14	КВ2.4, %		4,83	35,88	29,99	12,99	7,01	5,4	1,77	2,13
15	КВ2.5, %		6,41	42,29	30,17	11,47	4,91	3,08	0,85	0,82
16	Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7		КВ(ПЦ)3, %	7,64	55,51	31,53	2,6	2,5	0,22	0
17		КВ(Ш)3, %	9,08	60,3	20,4	8,00	1,2	1,02	0	0
18		КВ3.1, %	5,48	43,48	32,24	11,71	4,24	2,08	0,44	0,33
19		КВ3.2, %	7,11	47,69	33,6	9,33	1,95	0,32	0	0
20		КВ3.3, %	7,1	50,21	32,2	8,56	1,7	0,23	0	0
21		КВ3.4, %	7,8	51,09	31,01	8,25	1,65	0,20	0	0
22		КВ3.5, %	8,1	51,29	30,95	8,01	1,46	0,19	0	0

Полученные результаты свидетельствуют об эффективности помола Ш в ВСМ-01 и РШМ-60-7. Предположительно, низкая эффективность помола в МВ-20 является следствием повышения температуры мелющих тел, которая препятствует эффективному измельчению неоднородного материала – Ш.

Установлено, что при активации КВ наибольший прирост дисперсной фракции отмечается в диапазоне 1-10 мкм, так при приготовлении КВ, в МВ-20 с раз-

личным содержанием Ш отмечается изменение фракционного состава в диапазоне 1-10 мкм – 15-37%, а при измельчении в ВСМ-01 в пределах 13-54%, наибольшее содержание фракции 1-10 мкм присутствует в КВ приготовленных в РШМ-60-7 с величиной прироста 37-62% (таблица 4.2). Таким образом, активация КВ целесообразна в РШМ-60-7 и ВСМ-01, обеспечивающих получение наибольшего количества фракций 1-10 мкм, которые обеспечат наиболее благоприятные условия для формирования внутренней структуры композита и создания оптимальных условий для процессов гидратации.

Эффективность помольных агрегатов по стоимости оборудования, энергозатратам на помол и производительности, отражена в таблице 4.3. При помоле материала в МВ-20 энергозатраты на один помол составляют 0,7 кВт при производительности 70 кг/ч. При помоле материала в ВСМ-01 энергозатраты одного измельчения составляют 1,0 кВт при производительности 140 кг/ч. Энергозатраты на помол одной загрузки материала в РШМ-60-7 составляют 1,6 кВт при производительности 240 кг/ч.

Таблица 4.3 – Сравнение эффективности и производительности помольных агрегатов

Вид помольного агрегата	Производительность, кг/ч	Установленная мощность, кВт	Время измельчения одной загрузки, мин	Энергозатраты одного измельчения, кВт·ч
Вибрационная мельница МВ-20	70	2,2	15	0,7
Вихревая струйная мельница ВСМ-01	140	2,1	30	1,0
Роторно-шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7	240	6,5	15	1,6

Таким образом, установлено, что наиболее эффективным помольным агрегатом является роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением, обеспечивающая получение КВ с высокой удельной поверхностью.

4.1.2 Особенности формирования шлаковых частиц при помоле и их микроструктура

Согласно принципу Ле Шателье о химическом равновесии системы, при измельчении гидратационно-активных минеральных веществ, с увеличением их

дисперсности гидратационная активность увеличивается, а общая система в течение времени будет стремиться к равновесию, при этом протекают процессы, содействующие поглощению избыточной энергии, определяющие физические трансформации и химические взаимодействия кристаллических образований.

Изучена микроструктура Ш, размолотых в различных мельницах: МВ-20, ВСМ-01, РШМ-60-7 (рисунок 4.4 – 4.6), на сканирующем электронном микроскопе Tescan MIRA 3 LMU, с целью исследования микроструктуры зерен молотых шлаков: определение особенностей измельчения, формообразования зерен, удельной поверхности материала и эффективности различных помольных аппаратов.

Анализ микроструктуры измельченного шлака КВ(Ш)1 (рисунок 4.4) свидетельствует о особенностях измельчения частиц, так Ш при измельчении в вибрационной мельнице МВ-20 приобретает преимущественно пластинчатую форму зерен с малым количеством ребер и граней. Наблюдается высокое содержание частиц размерностью от 20 до 40 мкм, что определяется степенью измельчения материала. Частицы размерностью от 2 до 4 мкм имеют пластинчатую форму с высокой степенью гидратационной активности, на которых образуются кристаллические структуры (рисунок 4.4). Частицы размерностью от 10 до 100 мкм обладают пространственной многогранной формой с гранями, стремящимися к гексагональной форме.

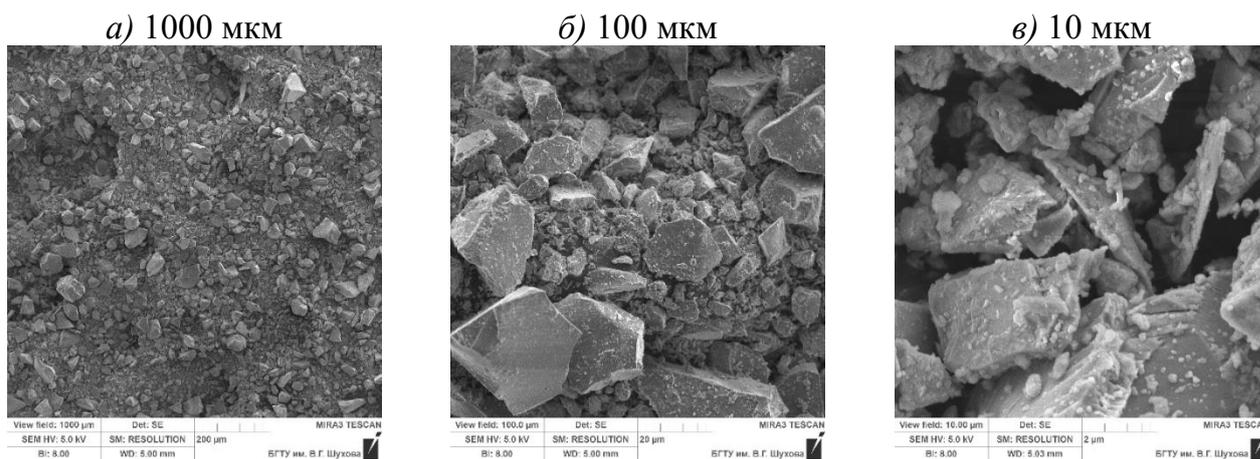


Рисунок 4.4 – Микроструктура шлака, размолотого в вибрационной мельнице МВ-20, образец №1

Микроструктура образцов с шифром КВ(Ш)2, измельченных в вихревой струйной мельнице ВСМ-01, свидетельствует о формировании пластинчатых и игловидных зерен размерностью от 2 до 30 мкм (рисунок 4.5). Определенные зо-

ны разрушения (рисунок 4.5) зерен через некоторое время после измельчения подтверждают, что измельчение материала проходило при каскадно-ударных столкновениях в высокоскоростном вихре, близком к сверхзвуковому. Формообразование стесанных выемок и оскольчато-игловидных зерен происходит в процессе соударения частиц в рабочей камере ВСМ-01, в результате чего повышается дисперсия материала и его удельная поверхность.

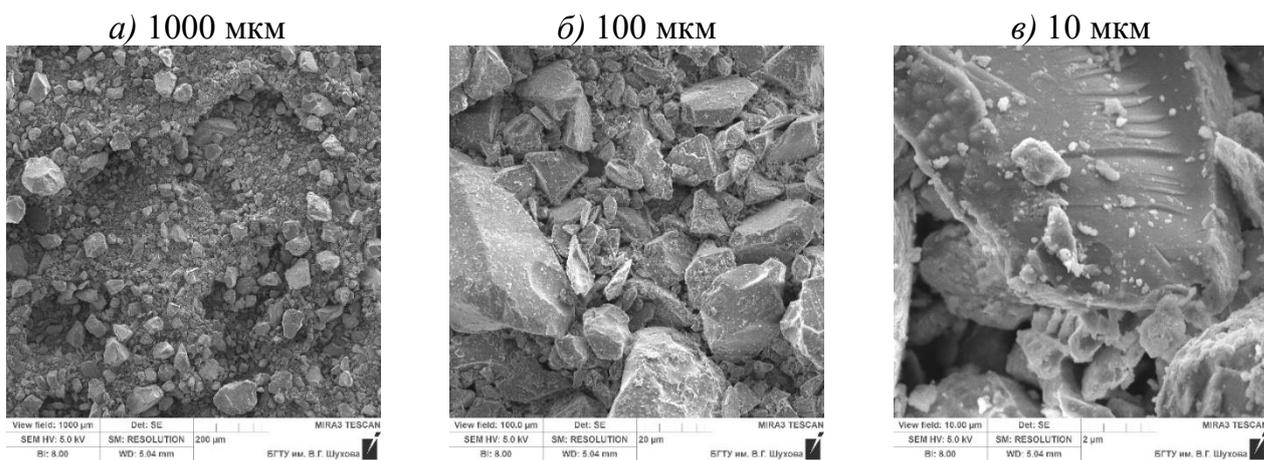


Рисунок 4.5 – Микроструктура шлака, размолотого в вихревой струйной мельнице ВСМ-01, образец №1

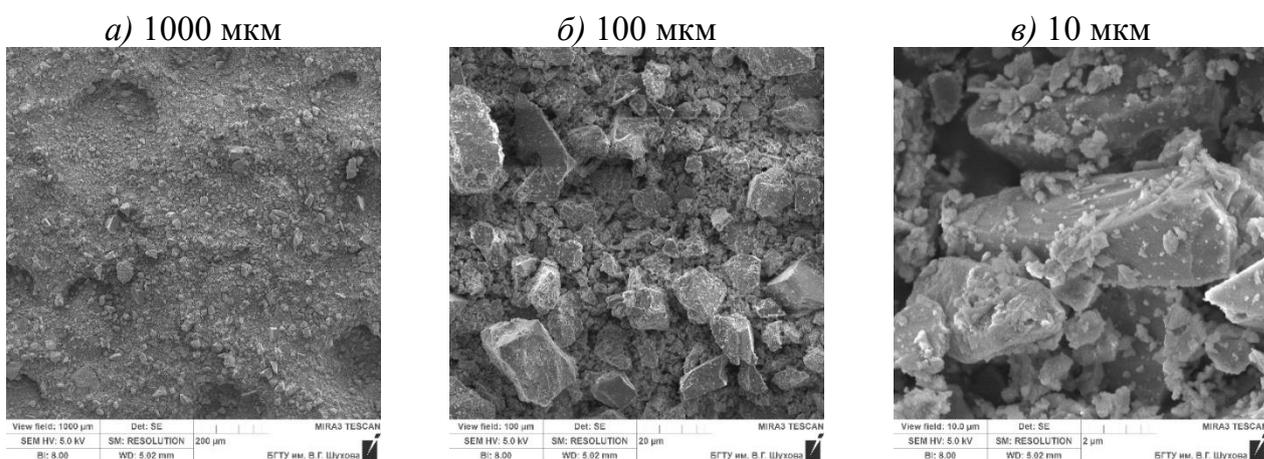


Рисунок 4.6 – Микроструктура шлака, размолотого в роторной шаровой мельнице РШМ-60-7, образец №1

На рисунке 4.6 показана микроструктура Ш, измельченного в роторной шаровой мельнице РШМ-60-7. Микрофотографии свидетельствуют о высокой дисперсности продукта (рисунок 4.6) с преимущественным содержанием частиц размером ≤ 10 мкм. В результате измельчения Ш в РШМ-60-7 установлено, что зерна Ш приобретают неправильную пространственную многоугольную форму с рваными и оскольчатыми краями (рисунок 4.6), в результате чего происходит рост удельной поверхности и насыпной плотности материала. В соответствии с

теоретическими положениями [146] и полученными результатами исследований гранулометрии и микроструктуры, можно утверждать, что увеличение тонкости помола повышает гидратационную активность материала, что подтверждается увеличенным количеством кристаллических образований мелкодисперсных дендритных структур и групп поликристаллов.

Установлено, что измельчение Ш в различных помольных установках обеспечивает формирование зерен различной специфической конфигурации, при гидратации в таких условиях на сформированных шлаковых зернах-подложках будут формироваться первичные мелкодисперсные кристаллические новообразования, постепенно обрастающие и уплотняющие сформированный каркас из гидросиликатов кальция, что обеспечит значительное повышение физико-механических характеристик создаваемого композита.

4.2 Основные характеристики композиционных вяжущих, полученных в различных помольных агрегатах

В соответствии с требованиями ГОСТ 310.3-76 [104] определены следующие характеристики: сроки схватывания, нормальная густота и равномерность изменения объема КВ.

Показатели нормальной густоты (таблица 4.4) КВ, полученных в различных мельницах, свидетельствуют об увеличении водопотребности на 16-29% в сравнении с немолотым товарным ПЩ.

Анализ образцов КВ показывает, что в компонентном составе процентные показатели нормальной густоты вяжущих снижаются при увеличении добавления Ш от 10 до 50%.

Сроки схватывания КВ свидетельствуют о их высокой гидравлической активности в сравнении с товарным ПЩ и удовлетворяют нормативным требованиям [101, 108]. Отмечается, что введение шлака от 10 до 30% в состав КВ приводит к последовательному снижению сроков схватывания, а свыше от 30 до 50% удлиняют их.

Широкий диапазон изменений сроков схватывания указывает на сложнейшие многообразные процессы взаимодействия в коллоидно-дисперсных структурах КВ, которые определяют конечные свойства и характеристики полученных композитов.

Таблица 4.4 – Сводная таблица показателей качества композиционных вяжущих

№ состава	Шифр	Состав	НГ, %	Кол-во воды, мл	Сроки схватывания, мин		Удельная поверхность $S_{уд}$, м ² /кг	Насыпная плотность, кг/м ³	Истинная плотность, кг/м ³	Равномерность изменения объема, мм	R _{сж} , МПа, в возрасте 2 сут.	Плотность цем. камня в возрасте 2 сут., кг/м ³	R _{сж} , МПа, в возрасте 28 сут.	Плотность цем. камня в возрасте 28 сут., кг/м ³
					начало	конец								
1	ПЦ0	ПЦ	26	104	150	260	330	1150	3300	1	21,2	2000	52,4	1730
Вибрационная мельница МВ-20														
2	КВ(ПЦ)1	ПЦ = 100%	32	128	138	192	690	1231	3300	1	47,1	2100	60,1	1810
3	КВ(Ш)1	Ш = 100%	27	108	40	170	645	1279	2900	8	4,4	1730	11,9	1570
4	КВ1.1	ПЦ/Ш = 90/10%	31	123	165	230	590	1235	3260	3	49,45	2030	56,9	1730
5	КВ1.2	ПЦ/Ш = 80/20%	31	122	160	222	605	1295	3220	4	44,3	2040	50,1	1680
6	КВ1.3	ПЦ/Ш = 70/30%	31	125	148	207	615	1223	3170	5	38,7	1970	45,9	1770
7	КВ1.4	ПЦ/Ш = 60/40%	29	115	144	231	630	1234	3100	5	40,2	1910	50,1	1660
8	КВ1.5	ПЦ/Ш = 50/50%	27,5	110	95	260	831	1356	3040	6	26,8	1890	39,0	1760
Вихревая струйная мельница ВСМ-01														
9	КВ(ПЦ)2	ПЦ = 100%	31,25	125	84	144	887	1336	3300	1	47,9	2110	57,0	1800
10	КВ(Ш)2	Ш = 100%	30,75	123	83	140	880	1361	2900	8	8,2	1920	22,2	1650
11	КВ2.1	ПЦ/Ш = 90/10%	32,5	130	110	170	680	1354	3260	3	50,4	2020	51,8	1850
12	КВ2.2	ПЦ/Ш = 80/20%	32,25	129	100	140	670	1342	3220	4	47,1	1940	53,3	1840
13	КВ2.3	ПЦ/Ш = 70/30%	32,1	128	97	173	726	1297	3170	4	46,7	2010	55,8	1870
14	КВ2.4	ПЦ/Ш = 60/40%	31,5	126	147	190	750	1319	3100	5	41,0	2010	56,2	1930
15	КВ2.5	ПЦ/Ш = 50/50%	30,75	123	154	233	630	1285	3040	6	39,2	2080	50,0	1690
Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7														
16	КВ(ПЦ)3	ПЦ = 100%	35	140	94	130	930	1417	3300	1	47,7	2100	62,2	1830
17	КВ(Ш)3	Ш = 100%	31	123	87	125	910	1367	2900	8	9,0	2030	24,7	1690
18	КВ3.1	ПЦ/Ш = 90/10%	33	132	80	128	985	1455	3260	3	42,4	2010	57,8	1670
19	КВ3.2	ПЦ/Ш = 80/20%	32,5	130	78	118	960	1364	3220	3	40,0	1852	59,1	1552
20	КВ3.3	ПЦ/Ш = 70/30%	32	128	65	107	933	1322	3170	4	37,0	1970	59,9	1720
21	КВ3.4	ПЦ/Ш = 60/40%	32	128	60	130	920	1311	3100	4	41,0	2030	60,1	1640
22	КВ3.5	ПЦ/Ш = 50/50%	31,7	127	100	180	948	1434	3040	5	43,4	1960	57,8	1640

Примечание: 1. ПЦ0 – поргланцемент ЦЕМ 0 без помола; 2. ПЦ – поргланцемент ЦЕМ 0; 3. Ш – шлак 2-го сорта по ГОСТ 3476-2019

Испытания равномерности изменения объема образцов проводили способом формования цементного теста нормальной густоты в кольце Ле Шателье (с пластинками и пригрузом) с последующим кипячением [109]. Химический состав ПЩ соответствует требованиям ГОСТ [101] и согласуется с результатами исследований равномерности изменения объема образцов (таблица 4.4). Согласно исследованиям химического состава ПЩ, Ш и КВ все компонентные составы удовлетворяют требованиям ГОСТ [101] по показателям равномерности изменения объема (не более 10 мм).

Установлено, что используемые помольные установки при измельчении вяжущего напрямую влияют на формообразование зерен и получаемый гранулометрический состав, что оказывает воздействие на нормальную густоту, что, впоследствии, может повлиять на равномерность изменения объема вяжущего. Показатели равномерности изменения объема при одинаковых компонентных составах и различных способах измельчения неодинаковы, так как при затворении водой КВ с различной гранулометрией избыточное содержание свободного оксида магния (MgO) и оксида кальция (CaO) в составе будет разным, что подтверждается данными научной литературы [147].

Физико-механические характеристики КВ определяли в возрастах 2 и 28 сут, с испытаниями при сжатии на гидравлическом прессе ПГМ-50МГ4 (таблица 4.4, рисунок 4.7). Количество образцов-кубов каждого компонентного состава составляло не менее 5 шт.

При проведении исследований изучили изменения прочности гидратированного ПЩ в возрастах 2 и 28 сут при дополнительной механоактивации в принятых мельницах. Полученные результаты показывают примерно одинаковый прирост прочности в возрасте 2 сут, что свидетельствует о том, что принятые агрегаты не оказывают особого специфического влияния на измельчение товарного ПЩ. Анализ прироста прочности активированного ПЩ в возрасте 28 сут в трех мельницах показывает незначительный разброс прочностных показателей от 57 до 62,2 МПа, что превышает прочность не активированного ПЩ на 10,2-17,7%.

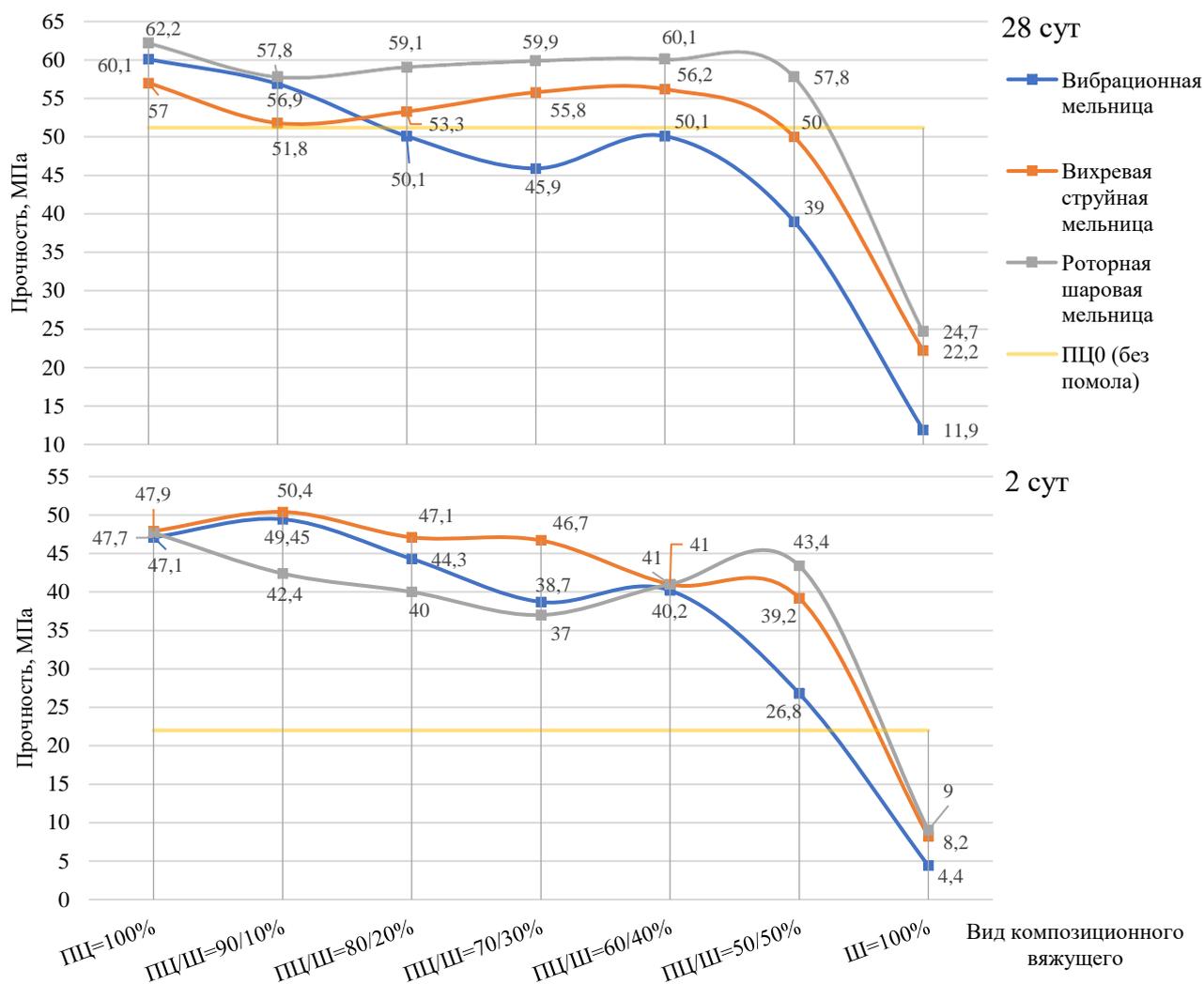


Рисунок 4.7 – Прочность при сжатии образцов композиционных вяжущих в возрастах 2 и 28 сут

Особый интерес представляло изучение гидравлической активности Ш, измельченного в различных помольных агрегатах, так измельченный Ш в МВ-20, ВСМ-01, РШМ-60-7 в возрасте 2 сут показал прочность 4,4; 8,2; 9,0 МПа, что свидетельствует о его гидравлической активности. Твердение Ш, измельченных в мельницах МВ-20, ВСМ-01, РШМ-60-7 в возрасте 28 сут, показало дополнительный прирост прочности, соответственно, в 2,7 раза (11,9 МПа); 2,77 раза (22,7 МПа); 2,74 раза (24,7 МПа), что свидетельствует о достаточно высокой гидравлической активности Ш. Отмечается, что наилучшая механическая активация достигается в РШМ-60-7 и ВСМ-01, превосходящая прочностные показатели шлаковых образцов, полученных в МВ-20, более чем в 2 раза.

При введении Ш от 10 до 30% во все КВ, получаемые в различных мельницах в возрасте 2 сут, отмечается рост прочности в сравнении с неактивированным

ПЩ от 48,1 до 56,3% (10% Ш); от 45 до 53,3% (20% Ш); от 40,5 до 52,9% (30% Ш). Отмечается, что наибольший прирост прочности образцов в возрасте 2 сут показывает ВСМ-01, немного ниже МВ-20, наименьший прирост прочности показывают образцы КВ, полученные в РШМ-60-7. Этот факт можно объяснить тем, что, вероятно, в системе, полученной в результате измельчения в РШМ-60-7, создается значительное количество дисперсной фазы с удельной поверхностью 933-985 м²/кг (таблица 4.5), создающей вязкую коллоидную систему при введении воды затворения, а также особенностью конфигурации частиц Ш, которые блокируют воду и препятствуют формированию кристаллической структуры композита.

Составы, полученные в различных мельницах, с соотношением компонентов ПЩ/Ш=60/40%, являются наиболее стабильными с точки зрения гидратационного процесса, обладающие прочностью при сжатии в возрасте 2 сут от 40,2 до 41,0 МПа. В начальный период гидратации – 2 сут, высокой прочностью при сжатии обладают образцы, полученные при измельчении в МВ-20 и ВСМ-01 с соотношением компонентов ПЩ/Ш=70-90/10-30% (рисунок 4.7), что обосновывается анализом микроструктуры, который установил наличие преимущественно пластинчатых и игловидных зерен (рисунок 4.4–4.6).

Увеличение содержания Ш от 40 до 50% в компонентном составе КВ, образованных при измельчении в РШМ-60-7, прочность образцов-кубов в возрасте 2 сут увеличивается, что свидетельствует об эффективности измельчения КВ с высоким содержанием шлаковой составляющей и с рациональной формой зерен. Рассматривая составы КВ с 50%-м содержанием Ш, приготовленных в ВСМ-01 и МВ-20, отмечается значительное снижение прочности, что, вероятно, связано с переизбытком содержания Ш в системе и недостаточностью гидроксида кальция, для формирования плотной кристаллической структуры композита.

Анализ результатов физико-механических показателей образцов КВ с добавлением от 10 до 40% Ш в возрасте 28 сут показал стабильный прирост прочности от 57,8 до 60,1 МПа для РШМ-60-7 (прирост прочности от 11,4 до 14,8 %); от 51,8 до 56,2 МПа для ВСМ-01 (прирост прочности от 1,2 до 8,9%). Рассматривая кривую прочности КВ, приготовленных в МВ-20 при различных дозировках Ш от 10 до 30%, отмечается снижение прочности. Снижение прочности КВ, полученных в МВ-20, с увеличе-

нием содержания Ш до 30% можно, предположительно, объяснить формированием микроструктуры, представленной пластинчатыми зёрнами, которые определенным образом препятствуют формированию плотной непрерывной кристаллической структуры композита, подтверждением чего являются замедленные сроки начала и конца схватывания в системе. Отмечается, что содержание Ш до 40% обеспечивает максимальную прочность КВ, полученных в разных мельницах.

Во всех КВ, приготовленных в различных мельницах, при добавлении Ш свыше 50% отмечается резкое снижение прочности вследствие переизбытка минерального наполнителя в системе, не хватает гидроксида кальция для формирования плотной кристаллической структуры КВ.

Таким образом, приведенные исследования по выбору наиболее рационального соотношения сырьевых компонентов в КВ и помольного агрегата показали, что наиболее эффективными агрегатами для получения КВ с минеральными наполнителями являются РШМ-60-7 и ВСМ-01, позволяющие использовать шлак в количестве до 40% и обеспечивающие при этом повышение прочности образцов в возрасте 28 сут до 56,2 и 60,1 МПа, что превосходит прочность товарного ПЦ на 8,9% и 14,8%, при его экономии до 40%.

4.3 Рентгенофазовый анализ гидратированных композиционных вяжущих

По мнению специалистов, эра бездобавочных ПЦ закончилась [148-163], и в последние годы значительно возрастает выпуск цементов с использованием различных минеральных добавок.

При гидратации ПЦ протекают очень сложные процессы вследствие высокой полиминеральности порошка и одновременного протекания различных взаимодействий в системе. Продукты гидратации одного и того же минерала значительно изменяются вследствие значительного содержания воды в системе, которая существенно влияет на протекание реакций и продолжительность процессов гидратации.

Анализ рентгенограмм (рисунок 4.8), гидратированных ПЦ (КВ(ПЦ)1) и КВ (КВ1.4), активированных в вибрационной мельнице показал, что содержание портландита $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ($d=4,93; 3,11; 2,63; 1,93; 1,79; 1,69 \dots \text{Å}$) в КВ1.4 меньше чем в

КВ(ПЦ)1, что свидетельствует о создании новых поверхностей минеральных частиц для гидратации при механоактивации, а интенсивность дифракционного максимума, свидетельствующего о наличии гидросиликатов кальция CSH(II) в данной системе становится больше, что отчетливо видно на рентгенограмме. Механоактивация материала в МВ-20 КВ увеличивает удельную поверхность в 1,75 раза, что приводит к формированию большого объема гидросиликатов кальция CSH(II).

Сравнивая рентгенограммы гидратированного ПЦ (КВ(ПЦ)2) и КВ (КВ2.4) (рисунок 4.9), активированных в вихревой струйной мельнице, отмечается, что содержание $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ($d=4,93; 3,11; 2,63; 1,93; 1,79; 1,69 \dots \text{Å}$) в КВ2.4 снижено на 27% в сравнении с КВ(ПЦ)2, одновременно с этим фиксируется увеличенное содержание CSH(II). Содержание этtringита $\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$ ($d=9,77; 5,61; 3,87; 2,45 \dots \text{Å}$) во всех составах изменяется незначительно в пределах 1-3%.

Рентгенограммы гидратированного ПЦ (КВ(ПЦ)3) и КВ (КВ3.4) (рисунок 4.10), активированных в роторной шаровой мельнице свидетельствуют, что содержание портландита $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ($d=4,93; 3,11; 2,63; 1,93; 1,79; 1,69 \dots \text{Å}$) в КВ3.4 значительно снижается в сравнении гидратированным КВ(ПЦ)3 на 18%. Сравнение рентгенограмм (рисунок 4.10) показывает, что интенсивность дифракционных максимумов, присущих CSH(II) ($d=9,8; 4,9; 3,04; 2,97; 2,8; 2,78 \dots \text{Å}$), значительно снижается, что обусловлено высокой аморфизацией КВ3.4 $S_{\text{уд}}=920 \text{ м}^2/\text{кг}$.

Анализ рентгенограмм (рисунок 4.8-4.10) показал, что все гидратированные КВ при соотношении компонентов ПЦ/Ш – 100/0 и 60/40, приготовленные в вибрационной, вихревой струйной и роторной шаровой мельницах, представлены основными продуктами гидратации: $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ($d=4,93; 3,11; 2,63; 1,93; 1,79; 1,69 \dots \text{Å}$); CSH(II) ($d=9,8; 4,9; 3,04; 2,97; 2,8; 2,78 \dots \text{Å}$); $\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$ ($d=9,77; 5,61; 3,87; 2,45 \dots \text{Å}$); $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ($d=4,42; 3,36; 3,14; 2,80; 2,56; 2,45 \dots \text{Å}$); C_2AH_8 ($d=5,61; 4,84; 2,55 \dots \text{Å}$); $\text{C}_3\text{S} + \text{C}_2\text{S}$ ($d=2,78; 2,76; 2,74; 2,19 \dots \text{Å}$), а также в незначительном количестве присутствуют негидратировавшие зерна $\text{C}_3\text{S} + \text{C}_2\text{S}$ ($d=2,78; 2,76; 2,74; 2,19 \dots \text{Å}$). Сравнение интенсивностей дифракционных отражений основных продуктов гидратации и клинкерных минералов приведены в таблицах 4.5-4.9.

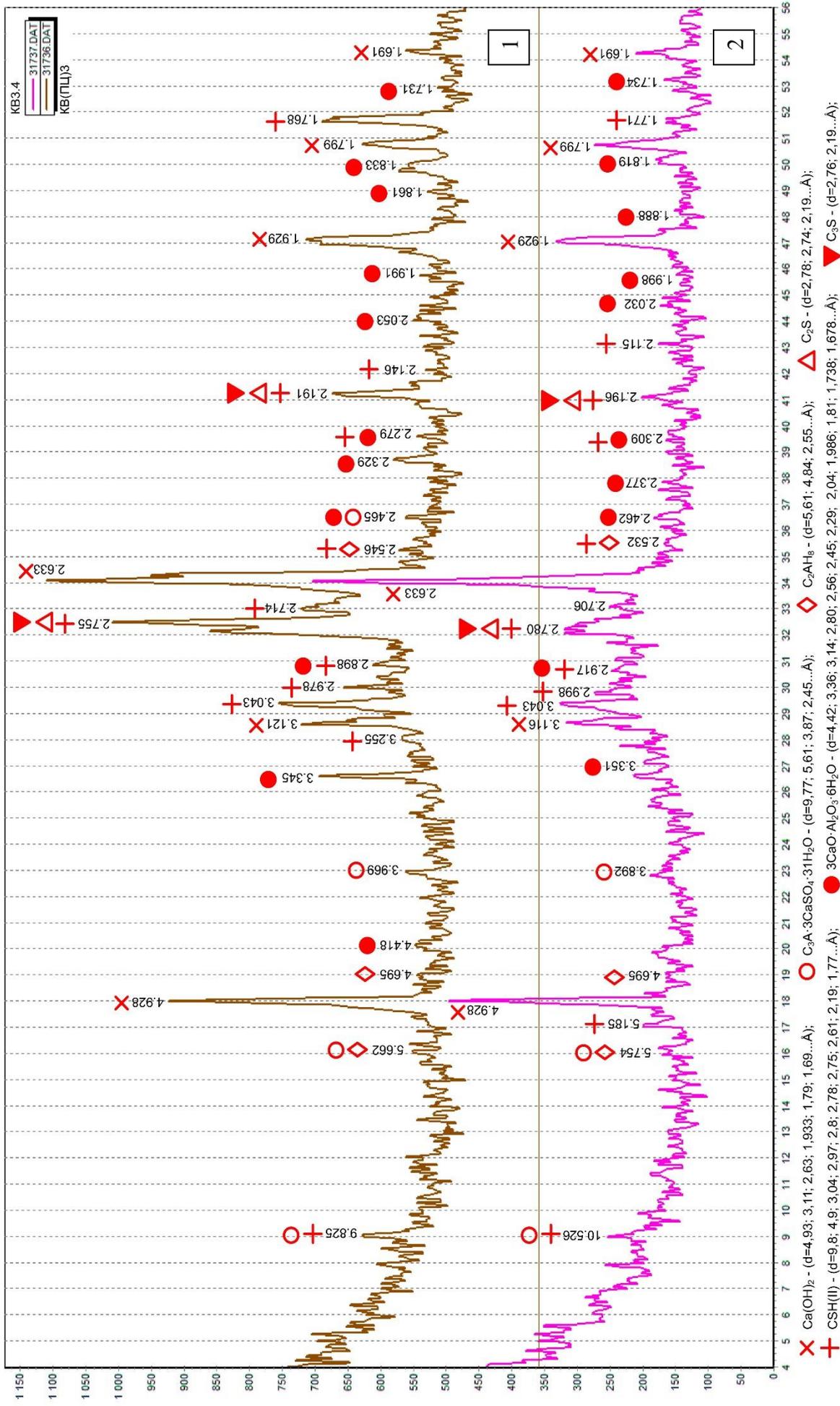


Рисунок 4.10 – Рентгенограммы гидратированных порландцемента и композиционного вяжущего, активированного в роторной шаровой мельнице с принудительным охлаждением РШМ-60-7, в возрасте 28 сут:

1 – KB(ПЦ)3 (ПЦ=100%); 2 – KB3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)

Таблица 4.5 – Интенсивность дифракционных отражений портландита в возрасте 28 сут

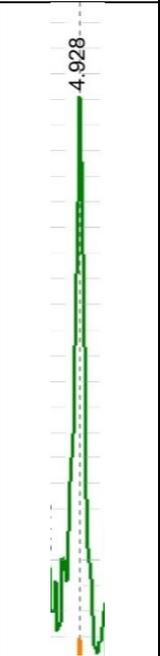
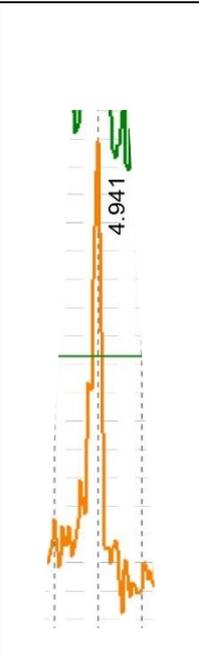
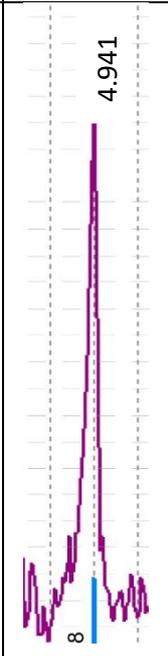
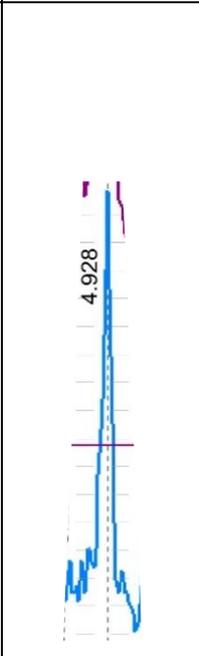
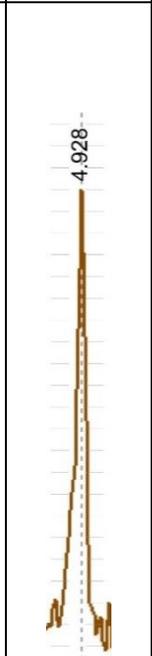
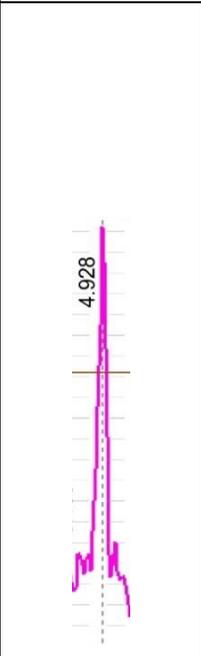
Гидратированные вяжущие	КВ(ПЦ)1 (ПЦ=100%)	КВ 1.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)2 (ПЦ=100%)	КВ 2.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)3 (ПЦ=100%)	КВ 3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)
Фрагменты дифрактограмм ($d=4,93 \text{ \AA}$)						

Таблица 4.6 – Интенсивность дифракционных отражений $C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 31H_2O$ в возрасте 28 сут

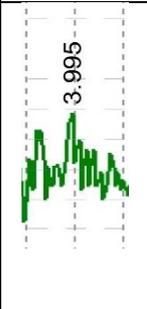
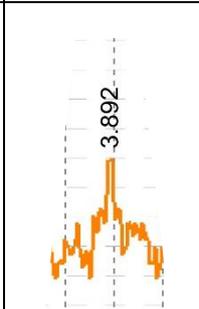
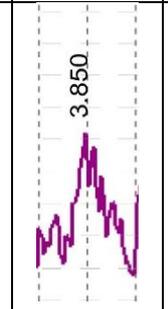
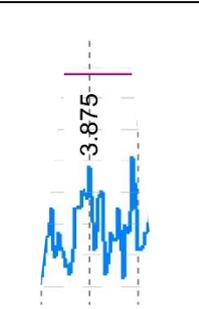
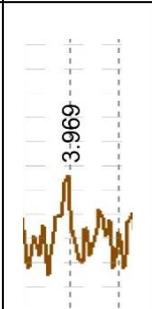
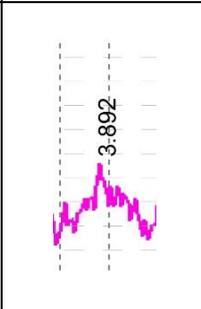
Гидратированные вяжущие	КВ(ПЦ)1 (ПЦ=100%)	КВ 1.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)2 (ПЦ=100%)	КВ 2.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)3 (ПЦ=100%)	КВ 3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)
Фрагменты дифрактограмм ($d=3,87 \text{ \AA}$)						

Таблица 4.7 – Интенсивность дифракционных отражений $CSH(II)$ в возрасте 28 сут

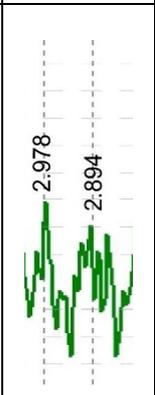
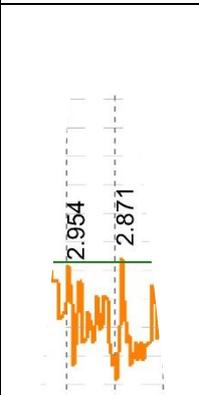
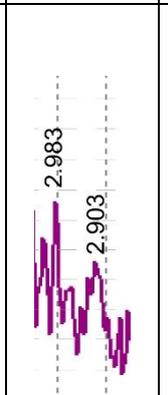
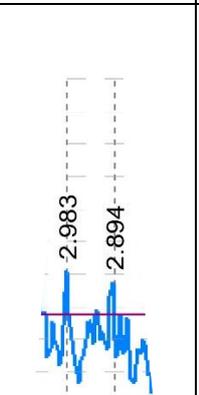
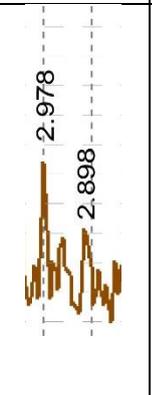
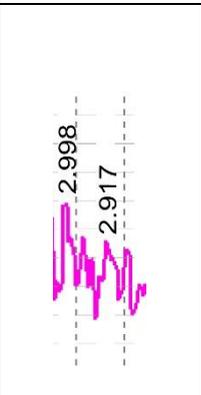
Гидратированные вяжущие	КВ(ПЦ)1 (ПЦ=100%)	КВ 1.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)2 (ПЦ=100%)	КВ 2.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)3 (ПЦ=100%)	КВ 3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)
Фрагменты дифрактограмм ($d=2,8; 2,97 \text{ \AA}$)						

Таблица 4.8 – Интенсивность дифракционных отражений $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в возрасте 28 сут

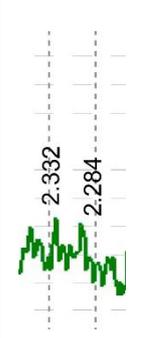
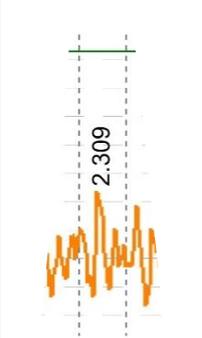
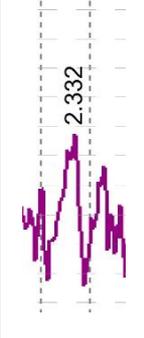
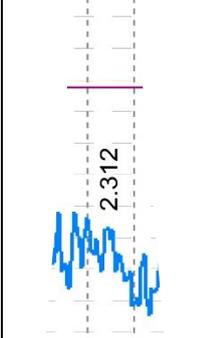
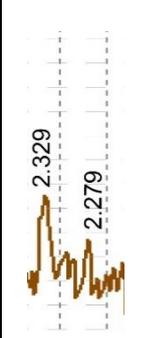
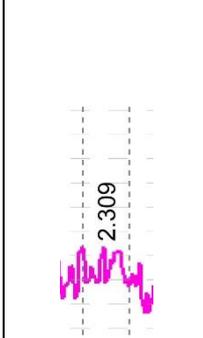
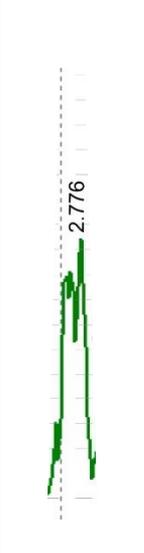
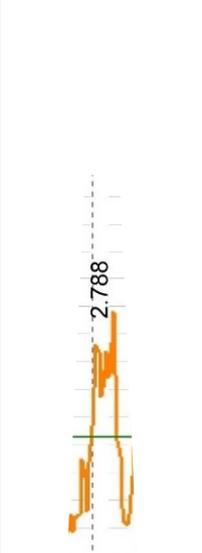
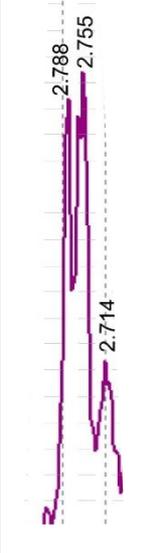
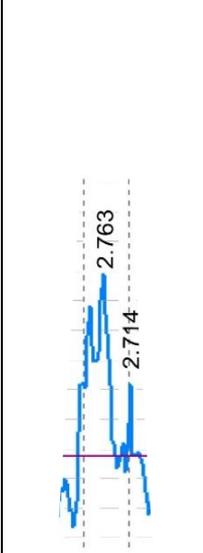
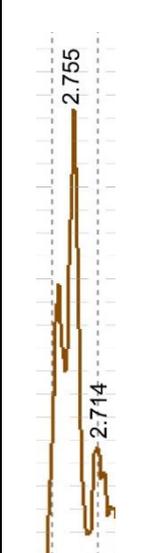
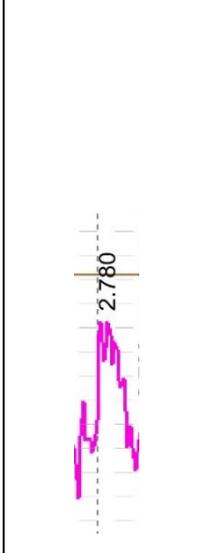
Гидратированные вяжущие	КВ(ПЦ)1 (ПЦ=100%)	КВ 1.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)2 (ПЦ=100%)	КВ 2.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)3 (ПЦ=100%)	КВ 3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)
Фрагменты дифрактограмм ($d=2,29 \text{ \AA}$)						

Таблица 4.9 – Интенсивность дифракционных отражений $\text{C}_3\text{S}+\text{C}_2\text{S}$ в возрасте 28 сут

Гидратированные вяжущие	КВ(ПЦ)1 (ПЦ=100%)	КВ 1.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)2 (ПЦ=100%)	КВ 2.4 (ПЦ/Ш=60/40%)	КВ(ПЦ)3 (ПЦ=100%)	КВ 3.4 (ПЦ/Ш=60/40%)
Фрагменты дифрактограмм ($d=2,78; 2,76 \text{ \AA}$)						

Исследования показали, что новых продуктов гидратации в рассматриваемых системах не установлено. Аморфизированный мелкодисперсный наполнитель, активизируемый с поверхности частиц, что отчетливо просматривается на рентгенограммах в виде присутствия шумового «фона», создает определенные силикатные связи, способствующие дополнительному упрочнению композита. Рост прочности полученных КВ обеспечивается за счет присутствия в компонентных составах минеральных наполнителей (ПЦ/Ш – 60/40), обеспечивающих повышение плотности упаковки систем, снижение общей пористости, каталитической роли присутствующих частиц, как центров кристаллизации, зонирование структуры твердеющих частиц, а также непосредственное химическое участие в реакциях гидратации.

Таким образом, рентгенофазовые исследования гидратированных КВ свидетельствуют, что все вяжущие содержат в своем составе: $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{CSH}(\text{II})$, $\text{C}_3\text{A}\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 31\text{H}_2\text{O}$, $3\text{CaO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, C_2AH_8 , $\text{C}_3\text{S}+\text{C}_2\text{S}$. Отмечается значительная аморфизация КВ, обусловленная высокой дисперсностью минерального наполнителя (шлака).

4.4 Микроструктуры композиционных вяжущих, полученных в различных помольных агрегатах

Деформационные и физико-механические свойства портландцементного камня во многом зависят от его микроструктуры. Структура данного камня характеризуется объемом и видом образующихся кристаллогидратов, количеством содержания связующего вещества (цементный гель), а также размером и объемом пор. При нормальном твердении в портландцементном камне из всех видов пор наиболее отрицательно влияют на физико-механические характеристики капиллярные поры.

4.4.1 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в вибрационной мельнице МВ-20

Для микроструктуры гидратированного композиционного вяжущего состава КВ1.4 в возрасте 2 сут (рисунок 4.11) характерна следующая картина: на зернах Ш до 2 мкм формируются чешуйчатые бугорки роста в отдельных местах, отчетливо просматриваются аморфизированные зерна минерального наполнителя, отмечается начальное формирование слоистой структуры и отдельных блоков-агрегатов.

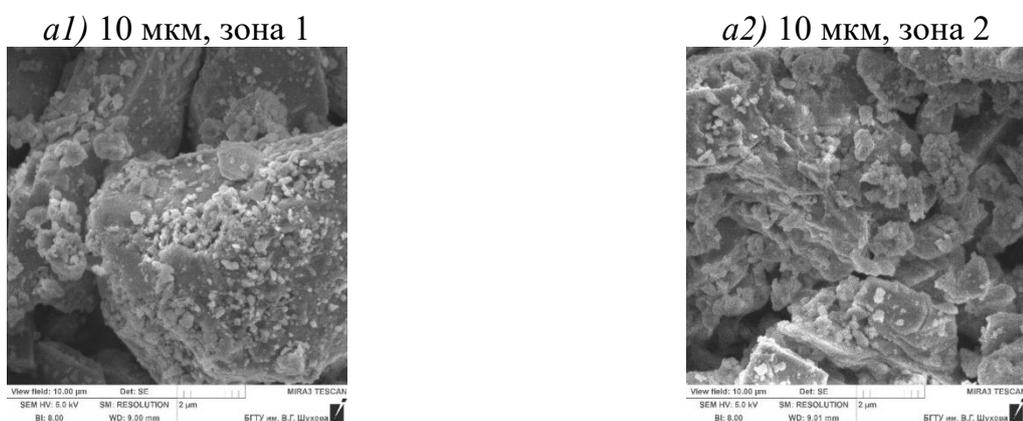


Рисунок 4.11 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава КВ1.4 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 2 сут

К возрасту 28 сут для состава КВ1.4 (рисунок 4.12) формируется хаотичная разориентированная кристаллизация, за счет проявления внешнего ритма, присутствующая гидратации силикатов кальция, которая тонко и плотно обволакивается гелеобразными гидросиликатами. Первичная скелетная структура обрастает новообразованиями гидросиликатов кальция. Отмечается образование очень мелких и расщепленных кристаллов этtringита, которые дополнительно уплотняют и армируют внутреннюю структуру в сочетании с гидросиликатами кальция.

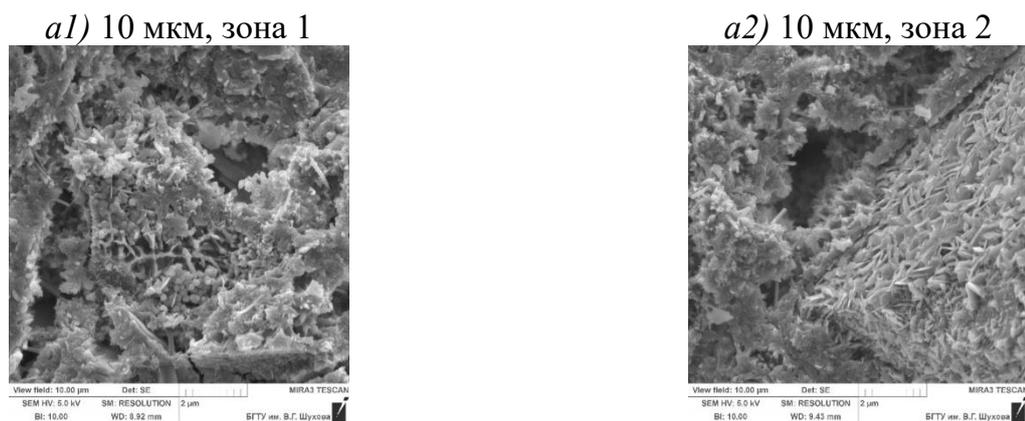


Рисунок 4.12 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава КВ1.4 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 28 сут

Указанные процессы обуславливают формирование монотонно-ритмической структуры цементного камня КВ.

4.4.2 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в вихревой струйной мельнице ВСМ-01

Гидратация клинкерных минералов образцов КВ2.4 в возрасте 2 сут начинается на активных центрах поверхности минеральных наполнителей, вероятно, на дефектных зонах, выходящих на поверхность (рисунок 4.13). Величина зародышей кристаллогидратов составляет 10-100 Å, которые быстро увеличиваются в размерах и формируют так называемые бугорки роста, что отчетливо просматривается на микрофотографиях (рисунок 4.13). Постепенно эти бугорки разрастаются по всей поверхности наполнителя, образуя отдельные поликристаллы. Определенная периодичность их роста зависит от скорости отвода теплоты кристаллизации. Градиент теплоты в направлении перпендикулярном поверхности раздела

максимальный, что определяет игольчатую форму кристаллов новообразований, а также возникновение на них новых бугорков роста. Одновременно с этим продолжается рост кристаллов из бугорков в свободном направлении. У образцов KB2.4 в возрасте 28 сут кристаллы, срастаясь, образуют кристаллогидраты – слои новообразований, которые имеют зернистую структуру наиболее плотной упаковки (рисунок 4.14). Каждый слой новообразований представляет собой ступеньку, размеры которой ограничиваются размерами нижележащего слоя.

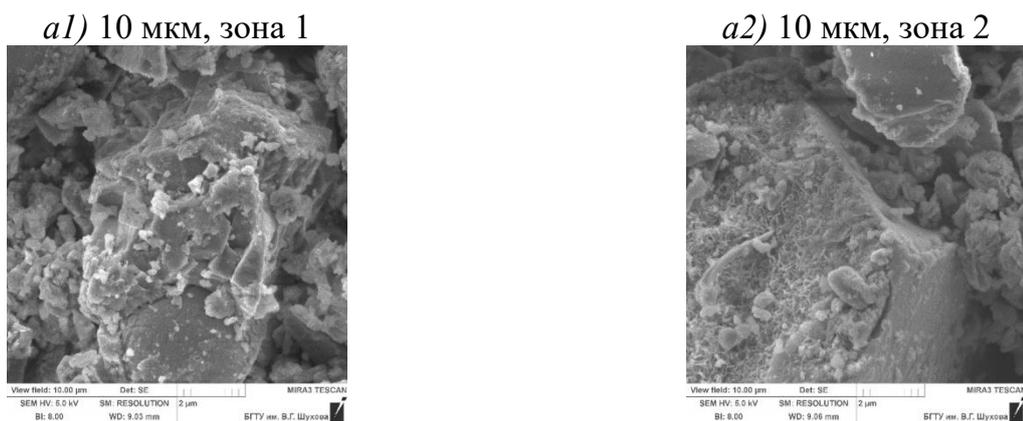


Рисунок 4.13 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава KB2.4 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 2 сут

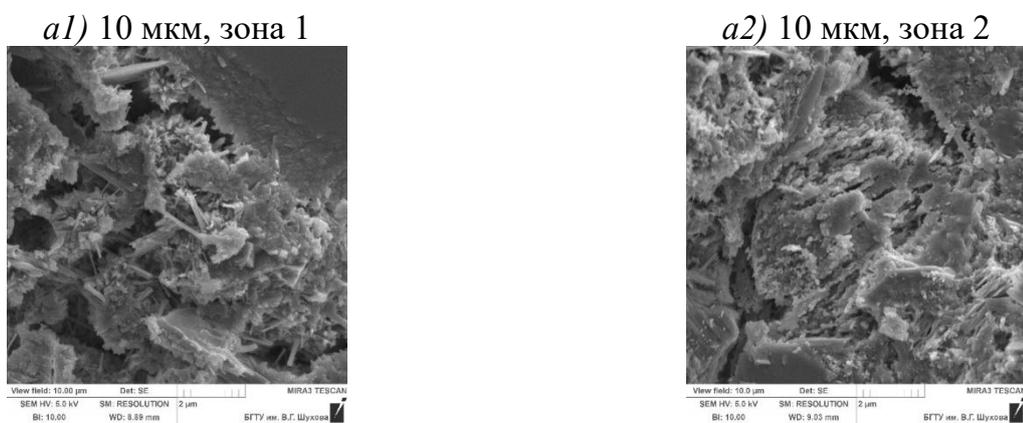


Рисунок 4.14 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава KB2.4 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 28 сут

В итоге в структуре образцов в возрасте 28 сут образуется поликристаллический камень, состоящий из отдельных кристаллов, имеющих определенную ориентацию в нем. Наблюдается присутствие пор, которые, в значительной степени, зарастают кристаллической фазой. Следует отметить, наблюдается частичное прорастание кристаллов в смежные блоки слоев кристаллических образований, что увеличивает прочность разработанных образцов.

4.4.3 Микроструктура гидратированных композиционных вяжущих, полученных в роторной шаровой мельнице РШМ-60-7

Анализ микроструктуры цементного камня композиционного вяжущего КВ 3.4 в возрасте 2 сут (рисунок 4.15) характеризуется формированием на поверхности наполнителя бугорков новообразований, аналогично описанных ранее в пп. 4.3.2 при анализе микроструктуры, однако, отмечается, более активное формирование кристаллической фазы с высокой плотностью упаковки. Следует предположить, что силикаты кальция, находящиеся под слоем новообразований, гидратируются метасоматически с выносом части вещества на поверхность, при этом минерал породы замещается одним или несколькими минералами другого химического состава вследствие химической реакции твердого тела с раствором в том же объеме.

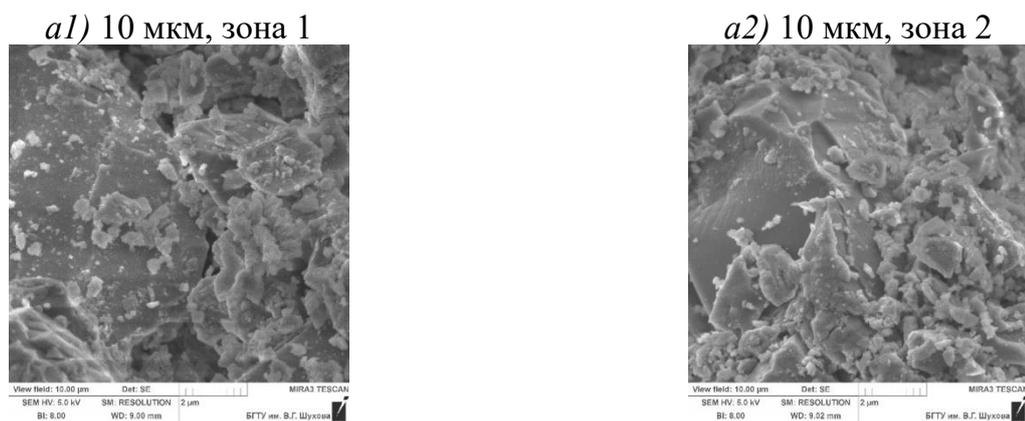


Рисунок 4.15 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава КВ3.4 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 2 сут

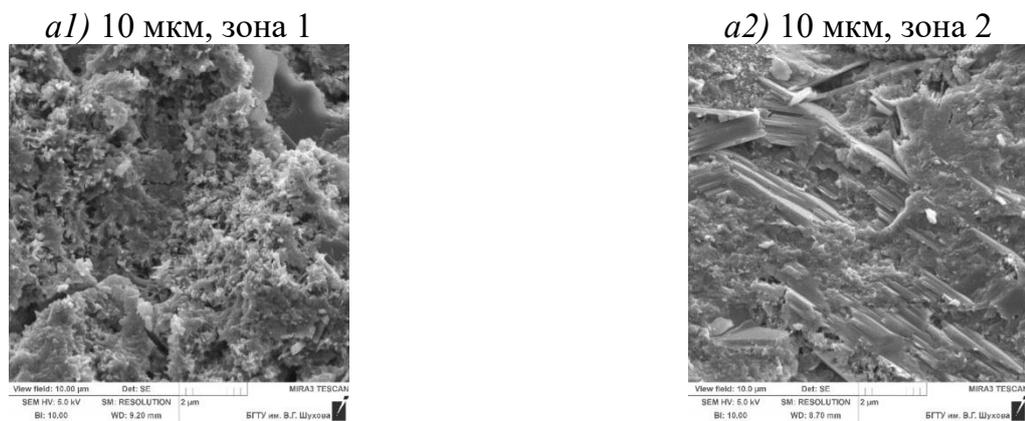


Рисунок 4.16 – Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего состава КВ3.5 (ПЦ60%+Ш40%) в возрасте 28 сут

Микроструктура гидратированного композиционного вяжущего КВ3.4 в возрасте 28 сут характеризуется блочно-ритмическим образованием кристалло-

гидратов, а также в поровых пространствах слоистой и мелкоигольчатой структурой кристаллообразований гидросиликатов кальция (рисунок 4.16).

Различные блоки из разноориентированных слоев имеют разную морфологию: одни блоки сформированы из разноориентированных иголок гидросиликатов кальция; другие из параллельно сросшихся пластинок моносulfогидроалюмоферитов или гидроалюмоферитов кальция; третьи, из пакетов волокон нитевидных кристаллов эттрингита. Формирование данной структуры обеспечивает высокие физико-механические характеристики полученных вяжущих.

4.5 Выводы по главе 4

1. Установлено, что наибольший прирост дисперсной фракции композиционных вяжущих с различным содержанием шлака (от 10 до 50%) в диапазоне 1-10 мкм, отмечается при помоле в различных мельницах (в сравнении с немолотым портландцементом), а именно: в вибрационной мельнице составляет 15-37%, в вихревой струйной мельнице 13-54%, в роторной шаровой мельнице 37-62%. Полученные данные позволяют ранжировать применяемые мельницы по эффективности измельчения. Активация композиционных вяжущих, проведенная в рассмотренных мельницах, обеспечивает получение наибольшего количества фракций 1-10 мкм, которые создадут наиболее благоприятные условия для формирования внутренней структуры композита и процессов гидратации.

Сравнительный анализ эффективности помольных агрегатов показал, что энергозатраты в вибрационной мельнице составляют 0,7 кВт·ч при производительности 70 кг/ч; в вихревой струйной мельнице – 1,0 кВт·ч при производительности 40 кг/ч; в роторной шаровой мельнице – 1,6 кВт·ч при производительности 240 кг/ч.

2. Замечено, что КВ при измельчении в вибрационной мельнице приобретает преимущественно пластинчатую форму зерен с малым количеством ребер и граней. Наблюдается высокое содержание частиц размерностью от 20 до 40 мкм. Частицы размерностью от 2 до 4 мкм имеют пластинчатую форму с высокой степенью гидратационной активности, на которых в процессе гидратации влагой образуются кристаллические новообразования. Микроструктура образцов, измельченных в вихре-

вой струйной мельнице, свидетельствует о формировании пластинчатых и игловидных зерен размерностью от 2 до 30 мкм.

Зерна КВ, измельченные в роторной шаровой мельнице, приобретают неправильную пространственную многоугольную форму с рваными и оскольчатыми краями.

Измельчение КВ в различных помольных установках обеспечивает формирование зерен различной своеобразной конфигурации, при гидратации в таких условиях на сформированных зернах-подложках будут формироваться мелкодисперсные кристаллические структуры из гидросиликатов кальция, постепенно обрастающие и уплотняющие каркас.

3. Показатели нормальной густоты композиционных вяжущих, полученных в различных мельницах, свидетельствуют об увеличении водопотребности на 16-29% в сравнении с немолотым бездобавочным портландцементом. При увеличении содержания шлака в компонентном составе процентные показатели нормальной густоты вяжущих снижаются. Снижение показателя нормальной густоты композиционных вяжущих при увеличении добавления шлака от 10 до 50% в компонентные составы свидетельствует о высоком уровне капиллярных, адсорбционных и молекулярных сил частиц шлака.

Отмечается процесс снижения сроков начала и конца схватывания при добавлении шлака в компонентный состав композиционных вяжущих от 10 до 30%, а при добавлении от 30 до 50% наблюдается последовательное увеличение. Широкий диапазон изменений сроков схватывания указывает на сложнейшие многообразные процессы взаимодействия в коллоидно-дисперсных структурах композиционных вяжущих, которые определяют конечные свойства и характеристики полученных композитов.

4. Установлено, что наиболее эффективными агрегатами для получения композиционных вяжущих с минеральными наполнителями являются роторная шаровая мельница, позволяющая использовать шлак в количестве до 40% с обеспечением повышенной прочности образцов в возрасте 28 сут до 60,1 МПа, что обеспечивает значительную экономию цементного клинкера.

5. Установлено, что основными продуктами гидратации композиционных вяжущих являются $\text{Ca}(\text{OH})_2$; $\text{CSH}(\text{II})$; $\text{C}_3\text{A}\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 31\text{H}_2\text{O}$; $3\text{CaO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$; C_2AH_8 ; $\text{C}_3\text{S}+\text{C}_2\text{S}$, а также в незначительном количестве присутствуют непрогидратировавшие

зерна C_3S+C_2S ($d=2,78; 2,76; 2,74; 2,19\dots\text{Å}$), новых продуктов гидратации в рассматриваемых системах не установлено. Следует отметить, что аморфизированный мелкодисперсный шлак, активизируемый с поверхности частиц, что отчетливо просматривается на рентгенограммах в виде эффекта шумового «фона», создает силикатные связи, способствующие дополнительному упрочнению композита.

6. Микроструктурный анализ композиционных вяжущих свидетельствует о получении плотного цементного камня с высоким содержанием разноориентированных мелкокристаллических скоплений, образованных на дополнительных подложках высокодисперсного материала, полученных вследствие высокого измельчения в эффективных помольных агрегатах (в том числе и роторной шаровой мельнице с принудительным охлаждением). Результаты микроструктурного анализа композиционных вяжущих, активированных в различных мельницах, убедительно подтвердили полученные показатели прочности вяжущих.

7. Проведенные исследования позволили разработать целый спектр композиционных вяжущих, полученных в различных помольных агрегатах, с различным содержанием минерального наполнителя (шлака) от 10 до 50%, обеспечивающих прочностные показатели в диапазоне 39,0-60,1 МПа, что позволяет использовать их для создания композитов специального назначения. С точки зрения экономической эффективности высоких физико-механических и технологических показателей рекомендуется к использованию состав композиционного вяжущего, полученного в роторной шаровой мельнице, при соотношении сырьевых компонентов «портландцемент : шлак» – 60:40, с прочностью при сжатии 60,1 МПа.

5 РАЗРАБОТКА ЗАКЛАДОЧНЫХ ТВЕРДЕЮЩИХ СМЕСЕЙ, ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ПРАКТИЧЕСКАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ

Создание закладочных массивов (ЗМ) горных выработок осуществляется в соответствии с индивидуально разработанным регламентом технологического производственного процесса для определенного участка горных выработок, включающего основные требования нормативных документов в области промышленной безопасности, Федеральных норм и правил, а также подготовленной проектной документации.

5.1 Разработка компонентных составов закладочных смесей

В настоящей главе приведены результаты по разработке составов закладочных смесей (ЗС) на основе разработанных гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих (КВ) и доменного гранулированного шлака (Ш), а также проведен анализ возможности использования разработанных составов закладочных смесей для практического использования в технологическом процессе Яковлевского ГОКа ООО «Корпанга» Белгородская область, Яковлевский городской округ.

На первом этапе исследований предусмотрена разработка основного состава закладочных смесей с выявлением оптимальных соотношений сырьевых компонентов: заполнителей и вяжущих. На втором этапе – оптимизация закладочных смесей методом математического планирования эксперимента, а на третьем – дальнейшая модификация разработанных составов армирующими волокнами.

Закладочный массив выработанного пространства должен обладать достаточными прочностными характеристиками, чтобы выдерживать нагрузку от горного давления, а также сохранять устойчивость и форму при динамических нагрузках от взрывных работ [164-172].

При подборе составов закладочных смесей применяли разработанные ранее гранулированные заполнители (см. гл. 3) и композиционные вяжущие (см. гл. 4). Учитывая, что добытая железная руда отправляется на переработку на металлургическое предприятие ПАО «Северсталь» с последующим возвращением шлака

доменного гранулированного, что свидетельствует о целесообразности его использования для производства закладочных смесей.

С целью разработки рациональных компонентных составов использовали следующие соотношения сырьевых материалов, представленные в таблице 5.1. Подбор компонентов ЗС производился на основе принципов рациональности и наибольшей изменчивости пропорций компонентов составов, с целью охвата и разработки широкой номенклатуры закладочных смесей.

Таблица 5.1 – Компонентные составы закладочных смесей

№ состава	Шифр образца	Компонентный состав закладочной смеси, мас. %			В/Ц	КВ/Ш	Объем заполнения формы гранулированными заполнителями, %
		КВ	Ш	ГЗ			
1	1.1	30	60	10	1,13	1/2	0,25
2	1.2	45	45	10	0,75	1/1	0,25
3	1.3	54	36	10	0,67	3/2	0,25
4	2.1	27,7	55,3	17	1	1/2	0,5
5	2.2	41,5	41,5	17	0,77	1/1	0,5
6	2.3	49,8	33,2	17	0,67	3/2	0,5
7	3.1	25,3	50,7	24	1	1/2	0,75
8	3.2	38	38	24	0,85	1/1	0,75
9	3.3	45,6	30,4	24	0,67	3/2	0,75
10	4.1	33,4	66,6	0	1,15	1/2	0
11	4.2	50	50	0	0,75	1/1	0
12	4.3	60	40	0	0,55	3/2	0

Изучены основные технологические и физико-механические характеристики закладочных смесей, представленные в таблице 5.2.

Заполнение форм-кубов производили с различным объемом заполнения форм ГЗ– 25%, 50%, 75% и при соотношениях КВ/Ш: 1/2, 1/1, 3/2.

В соответствии с технологическим регламентомготавливаемые закладочные растворы должны иметь определенные технологические характеристики: растекаемости, подвижности, водоотделения и предельного напряжения сдвига.

Все разработанные составы (таблица 5.2) соответствуют технологическим требованиям по реологии для закладочных растворов. При изменении водовязущего отношения возможно достижение отличных результатов технологических характеристик.

Прослеживается зависимость: при увеличении содержания вяжущего и гранулированных заполнителей водоотделение закладочных смесей снижается. В составах без ГЗ наблюдается повышенное водоотделение.

Таблица 5.2 – Основные характеристики закладочных смесей

№ состава	Шифр образца	Плотность в возрасте, кг/м ³			Прочность на сжатие в возрасте, МПа			Прочность на растяжение при изгибе в возрасте, МПа			Водоотделение, %	Предельное напряжение сдвига, τ ₀		Усадка, %	Растекаемость, см	Подвижность (копус), см
		2 сут	28 сут	180 сут	2 сут	28 сут	180 сут	2 сут	28 сут	180 сут		г	Па			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
1	1.1	2034	1936	1930	6,0	18,1	26,8	1,1	2,8	3,3	1,6	1120	119	7	19,3	20 (П4)
2	1.2	2002	1929	1910	10,7	24,2	30,4	1,7	3,3	3,9	1,1	1210	129	8	21,1	21 (П5)
3	1.3	1959	1910	1888	11,1	25,8	26,1	1,8	3,5	4,0	1	900	96	9	22,8	22 (П5)
4	2.1	1993	1864	1856	5,9	15,4	27,2	1,0	2,7	3,3	1,5	1990	126	6	19,7	19 (П4)
5	2.2	2061	1923	1894	7,8	21,7	28,7	1,3	3,5	3,7	1	1320	140	7	21,2	21 (П5)
6	2.3	1910	1887	1876	8,4	22,5	26,1	1,5	3,6	3,8	0,8	1200	128	8	20,4	20 (П4)
7	3.1	2050	1995	1987	3,3	15,5	18,2	0,9	2,6	2,9	1,4	1200	127	5	20,1	19 (П4)
8	3.2	1944	1844	1836	4,5	16,6	21,4	1,2	2,9	3,0	1	1400	149	6	21,5	21 (П5)
9	3.3	1874	1818	1791	6,1	18,6	20,9	1,4	3,1	3,3	0,8	1380	147	7	20,5	19 (П4)
10	4.1	2102	2002	1997	3,7	11,9	24,4	0,8	1,7	2,9	1,8	920	98	9	21,3	22 (П5)
11	4.2	1924	1831	1823	3,8	13,6	24,1	0,8	1,9	3,0	1,6	1010	107	10	22,1	23 (П5)
12	4.3	2041	1968	1951	7,3	16,7	32,1	1,3	2,3	3,7	1,3	980	104	12	20,2	22 (П5)

Согласно данным таблицы 5.2 наибольшей прочностью на сжатие обладают образцы в возрасте 28 сут с соотношением компонентов КВ/Ш = 3/2. Однако для закладки выработанного пространства рудника ООО «Яковлевский ГОК» с точки зрения экономической целесообразности достаточной прочностью на сжатие обладают образцы с соотношением компонентов КВ/Ш = 1/2 и содержанием ГЗ в объемах 50% и 75% заполнения формы – шифры образцов 2.1, 3.1. Отмечается, что при увеличении содержания ГЗ от 25 до 75% в компонентных составах ЗС снижается прочность образцов на сжатие. Однако при нулевом содержании ГЗ в компонентных составах ЗС в возрасте 28 сут прочность на сжатие минимальна. Содержание ГЗ в объеме более 75% приводит к снижению прочностных характеристик закладочного массива. Установлено, что усадка закладочных массивов соответствует требованиям технологического регламента Яковлевского ГОКа.

На рисунке 5.1 представлен график изменения прочностных характеристик образцов на сжатие в возрасте 2, 28 и 180 сут. Полученные результаты подтверждают научные положения о формировании искусственных твердых тел с содержанием гидратационно-активных веществ [175-179], так как в образце с шифром 3.1 содержание КВ минимальное, а содержание ГЗ максимальное.

Установлено, что в возрасте 180 сут при увеличении содержания КВ в компонентном составе с ГЗ при КВ/Ш от 1/2 до 1/1 прочность образцов увеличивается, достигая максимальной величины.

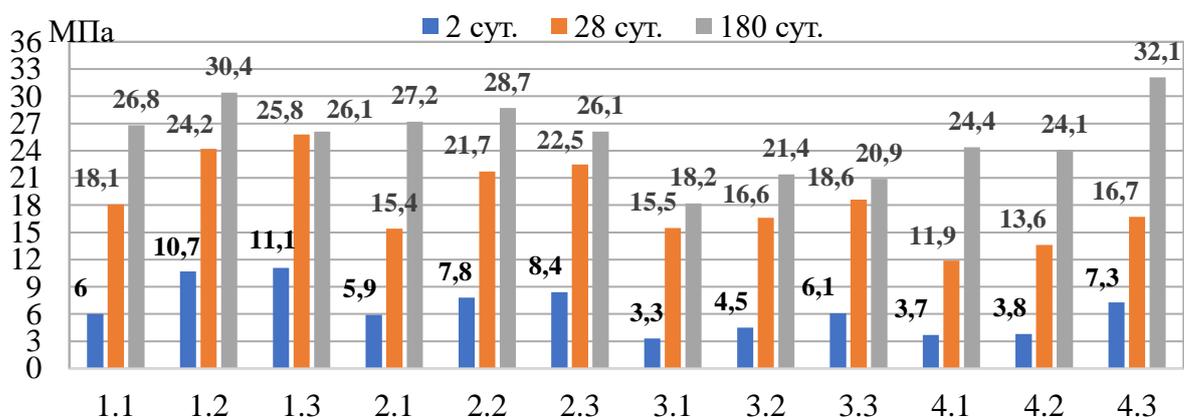


Рисунок 5.1 – Предел прочности на сжатие образцов закладочных смесей в разные периоды времени

Установлено, что прочность образцов возрастает пропорционально увеличению содержания КВ в составе (рисунок 5.2). Повышение содержания ГЗ в компо-

нентном составе снижает показатели прочности образцов ЗМ на растяжение при изгибе. Из всей номенклатуры наименьшей прочностью на растяжение при изгибе обладают образцы без ГЗ. Необходимая прочность на растяжение при изгибе ЗМ является наиболее важным показателем в особо опасных участках горных выработок. Для обеспечения увеличения прочности на растяжение при изгибе ЗМ целесообразен ввод армирующих добавок, в частности базальтовых волокон.

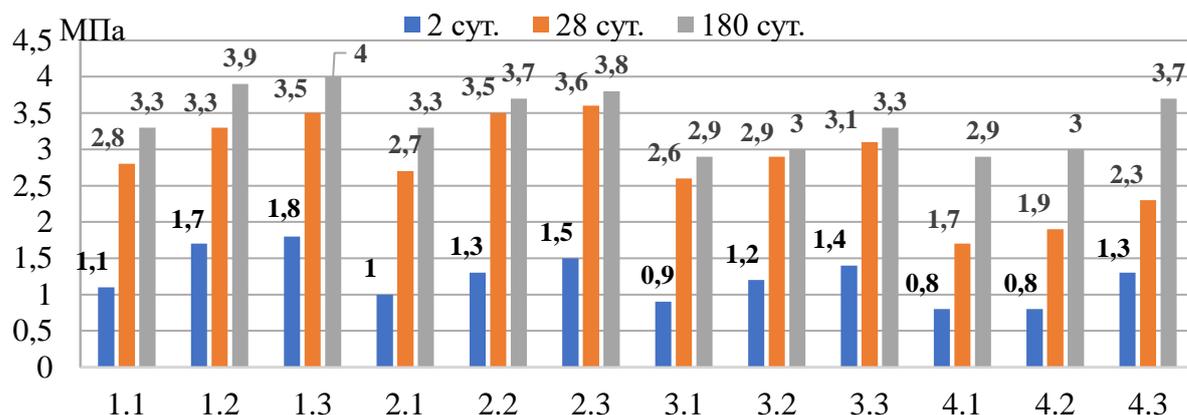


Рисунок 5.2 – Предел прочности на растяжение при изгибе образцов закладочных смесей в разные периоды времени

Предполагается, что гранулированные заполнители усиливают закладочный массив путем захвата части растягивающих и сжимающих напряжений и выступают внутренними демпферами системы. Наиболее перспективными для дальнейшего изучения являются образцы с соотношением КВ/Ш = 1/1 в каждой серии – 1.2, 2.2, 3.2, 4.2; так как они обеспечивают стабильное нарастание прочности во все сроки твердения. С точки зрения достаточных физико-механических характеристик и финансовой выгоды предприятия перспективным является образец состава под шифром 3.1 с содержанием КВ = 25,3 %; Ш = 50,7 %; ГЗ = 24 %.

5.2 Исследование процессов гидратации закладочных смесей

рентгенофазовым и дифференциальным

квазиизотермическим методами

Особенность закладочных смесей заключается в их многокомпонентности, так они включают три составляющих элемента: вяжущее, крупный и мелкий заполнители. В качестве вяжущего в смеси используется разработанное композиционное вя-

жущее с соотношением компонентов ПЦ/Ш=60/40% (см. гл. 4); в качестве крупной фракции мелкого заполнителя применяется предложенный гранулированный заполнитель (см. гл. 3); в качестве мелкого заполнителя применяется шлак. Таким образом, изначально, закладочная смесь проектировалась с учетом закона сродства структур в объеме создаваемого композита [110-112], т. е. учитывались: химический и минералогический составы сырья, генезис сырья и закладочной смеси с использованием шлака из материнской породы рудного тела и использование его в закладочных массивах.

Изучены 4 состава: 1.2, 2.2, 3.2, 4.2 (таблица 5.1). Различные величины показателей прочности на сжатие указанных составов, приведенные в таблице 5.2, свидетельствуют, об особенностях процессов структурообразования в образцах этих составов, что потребовало изучения фазового состава новообразований в них.

Анализ рентгенограммы гидратированных закладочных смесей 1.2, 2.2, 3.2, 4.2 (рисунок 5.3), показал присутствие гидратных фаз, свойственных и несвойственных портландцементу: Ca(OH)_2 – ($d=4,93; 3,11; 2,63; 1,93; 1,79; 1,69\dots\text{Å}$), $\text{C}_3\text{A}\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 31\text{H}_2\text{O}$ – ($d=9,77; 5,61; 3,87; 2,45\dots\text{Å}$), $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – ($d=4,42; 3,36; 3,14; 2,80; 2,56; 2,45; 2,29; 2,04; 1,986; 1,81; 1,738; 1,678\dots\text{Å}$), CSH(II) – ($d=9,8; 4,9; 3,04; 2,97; 2,8; 2,78; 2,75; 2,61; 2,19; 1,77\dots\text{Å}$), C_2AH_8 – ($d=5,61; 4,84; 2,55\dots\text{Å}$), C_2S – ($d=2,78; 2,74; 2,19\dots\text{Å}$), $6\text{CaO}\cdot 3\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ – ($d=3,435; 3,29; 3,25; 3,067; 2,986; 2,823; 2,290\dots\text{Å}$). Однако дифрактограммы каждого состава имеют свои особенности, обусловленные химическим и минеральным составами исходных компонентов смеси.

Гидратация портландцемента (состав 4.2) в присутствии шлака характеризуется более сложным процессом, чем гидратация чистого цемента. Известно, что при гидратации цемента формируются кристаллогидраты: гидроалюминаты и гидросиликаты кальция, кроме того, комплексные соли и гидроксид кальция. Вследствие образующегося в системе насыщенного раствора извести активизируется стекловидная фаза гранулированных шлаков, на поверхности которых протекают процессы гидратации и гидролиза. Гидроксид кальция выступает как щелочной возбудитель, активизируя кислые гидратные оболочки на зернах шлака, что приводит к образованию силикатов и алюминатов кальция на основе стекловидной фазы.

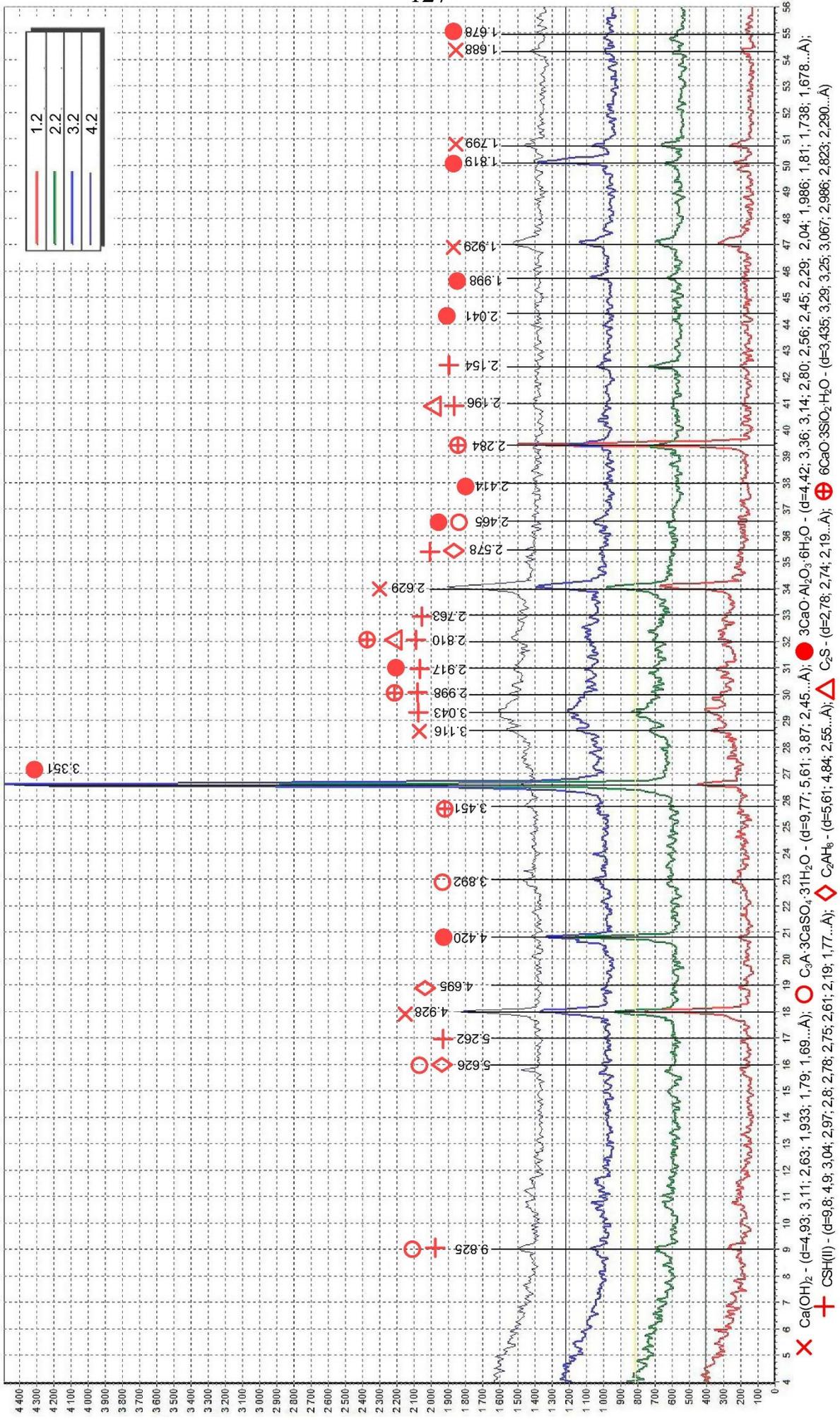


Рисунок 5.3 – Сравнительный график рентгенограмм гидратированных закладочных смесей в возрасте 28 сут под шифрами: 1.2, 2.2, 3.2, 4.2.

Силикаты и алюминаты кальция формируются в зоне оболочек из новообразований, покрывающих шлаковые зерна, при реакции гелей кремневой кислоты и гидроксида глинозема с гидроксидом кальция, кристаллизуясь из раствора при реакции гидратированных ионов алюминия, кремния и кальция. Находящийся в данной системе шлака и портландцемента: гипс быстро насыщается раствором и действует как сульфатный возбудитель в твердении шлака, образуя гидросульфоалюминат кальция, который далее переходит в другие фазы.

Присутствие $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и CaSO_4 обеспечивают перевод гелеобразных продуктов гидратации, образующихся на поверхностях частиц шлака, в кристаллические, позволяя воде непрерывно поступать к гидратирующей фазе. Гидратация шлака осуществляется непосредственно его взаимодействием с водой, при этом образуются новообразования, типичные для шлака: гидрогеленит C_2ASH_8 , гидрогранаты $\text{C}_3\text{AS}_{3-n}\cdot\text{H}_n$, твердые растворы гидросульфоалюминатов кальция. При гидратации ПЩ с содержанием Ш образуется большее количество гидросиликатов кальция в форме плотных субмикроструктурных скоплений и меньшее количество $\text{Ca}(\text{OH})_2$. На ранних стадиях твердения первичными кристаллогидратами системы портландцемент–шлак отмечается эттрингит $\text{C}_3\text{A}\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 31\text{H}_2\text{O}$, который представляет собой призматические кристаллы и волокнистые гидросиликаты кальция. Достаточное присутствие шлака в системе портландцемент–шлак обеспечивает повышение прочности, а также высокое сцепление формирующихся кристаллогидратов с ранее не гидратированными зернами шлака и клинкера. Хорошему сцеплению благоприятствует формирование новообразований в цементном камне со шлаком.

Таким образом, рентгенофазовый анализ продуктов гидратации образцов состава 4.2, состоящего из КВ, свидетельствует о высокой гидравлической активности данного состава.

Анализ дифрактограмм составов 3.2 и 2.2 свидетельствует о присутствии всех гидратных фаз, свойственных цементным системам с содержанием шлака. Отмечается, что на дифрактограммах с содержанием гранулированного заполнителя 17% и 24% появляется дифракционный максимум, свойственный $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – ($d=4,42; 3,36; 3,14; 2,80; 2,56; 2,45; 2,29; 2,04; 1,986; 1,81;$

1,738; 1,678...Å), однако в составах 4.2 и 1.2 эта фаза не проявляется, что, вероятно, связано с внутренними процессами перекристаллизации.

На рентгенограмме гидратированной закладочной смеси состава 1.2 с содержанием 10% гранулированного заполнителя кроме указанных гидратных фаз идентифицируются дифракционные максимумы, присущие минералу – деллаиту $6\text{CaO}\cdot 3\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ – ($d=3,435; 3,29; 3,25; 3,067; 2,986; 2,823; 2,290\text{...Å}$). Присутствие деллаита обеспечивает дополнительную прочность раствору вследствие формирования кристаллической структуры в виде пластинок и призм. Предполагается, что формирование деллаита происходит вследствие совокупности ряда факторов: повышенное содержания $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в системе; определенное соотношение сухих компонентов в пределах $\text{KB}=45\%$, $\text{Ш}=45\%$, $\text{ГЗ}=10\%$; содержание воды при $\text{В/Ц}=0,75$.

Следует отметить, что в составах 2.2 и 3.2 отмечается появление дифракционных максимумов, свойственных деллаиту, но максимальный эффект присущ именно составу 1.2. Представляется, что проявление этого кристаллогидрата, вероятно, обусловлено наибольшим присутствием в системе $\text{Ca}(\text{OH})_2$, что отчетливо видно на дифрактограмме. Кроме того, первично сформированная внутренняя структура композита определенным образом влияет на последующую, т.е. в первично сформированном каркасе прорастают новообразования, сформировавшиеся вследствие благоприятных условий, которые дополнительно упрочняют первичный каркас.

Следует отметить, что увеличение тонкости помола композиционных вяжущих способствует повышению прочности закладочной смеси. Кинетика нарастания прочности закладочных смесей в большей степени зависит от дисперсности шлака, портландцемента и композиционных вяжущих.

Учитывая повышенную влажность и высокую температуру в зонах закладки, использование шлака, как наполнителя в композиционных вяжущих целесообразно.

Предлагается модель формирования закладочных растворов в толще и на контактных зонах закладочных массивов с рудным телом, где формируется прочный конгломерат из полученных KB , ГЗ и Ш (рисунок 5.4). Вследствие высокой аморфизации минеральных наполнителей создаются благоприятные условия для формирования дополнительных гидросиликатных фаз, что способствует направленному структурооб-

разованию закладочного массива с учетом закона сродства структур. Обеспечивая требуемую подвижность и растекаемость закладочной твердеющей смеси возможно добиться высокой адгезии с рудным телом.

В зависимости от химического и минералогического составов вяжущие при гидратации выделяют различное количество тепла, скорости их гидратации также отличны.

На рисунке 5.5 представлен график кинетики тепловыделения

портландцемента ЦЕМ 0, шлака доменного гранулированного немолотого, шлака доменного гранулированного молотого, композиционного вяжущего (см. гл. 4), закладочной смеси состава под шифром 4.2 (КВ/Ш=1/1), который констатирует наличие пяти стандартных периодов тепловыделения гидратационно-активных минералов. В 1-й период (временной диапазон $\approx 0-45$ мин) – начальный период, характеризующийся резким тепловыделением после затворения водой вяжущего. Далее наблюдается 2-й индукционный период (временной диапазон $\approx 0,75-4$ ч), в течение которого процесс тепловыделения (начального взаимодействия воды с минералами) затормаживается и сменяется гетерогенно-диффузионным процессом массообмена. После формирования достаточного количества кристаллов энергии поверхностного слоя оболочки становится недостаточно, впоследствии чего происходит ее разрушение и запуск ускоренной гидратации – 3-й период (временной диапазон $\approx 4-11$ ч). Для 4-го периода (временной диапазон $\approx 6-28$ ч) характерно затухание тепловыделения, и, как следствие, снижение интенсивности гидратационных процессов. Следующим, 5-м периодом яв-

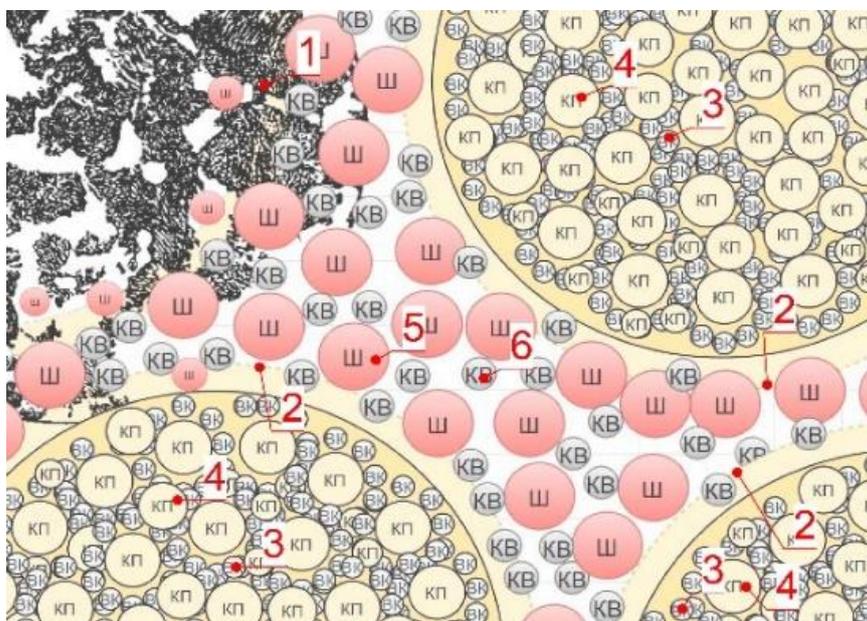


Рисунок 5.4 – Структура закладочного массива: 1 – рудное тело; 2 – гранулированные заполнители; 3 – вяжущие композиции; 4 – кварцевые пески; 5 – доменные гранулированные шлаки; 6 – композиционные вяжущие

ляется период монотонного затухания, при котором гидратационные процессы протекают на протяжении всего времени существования объекта.

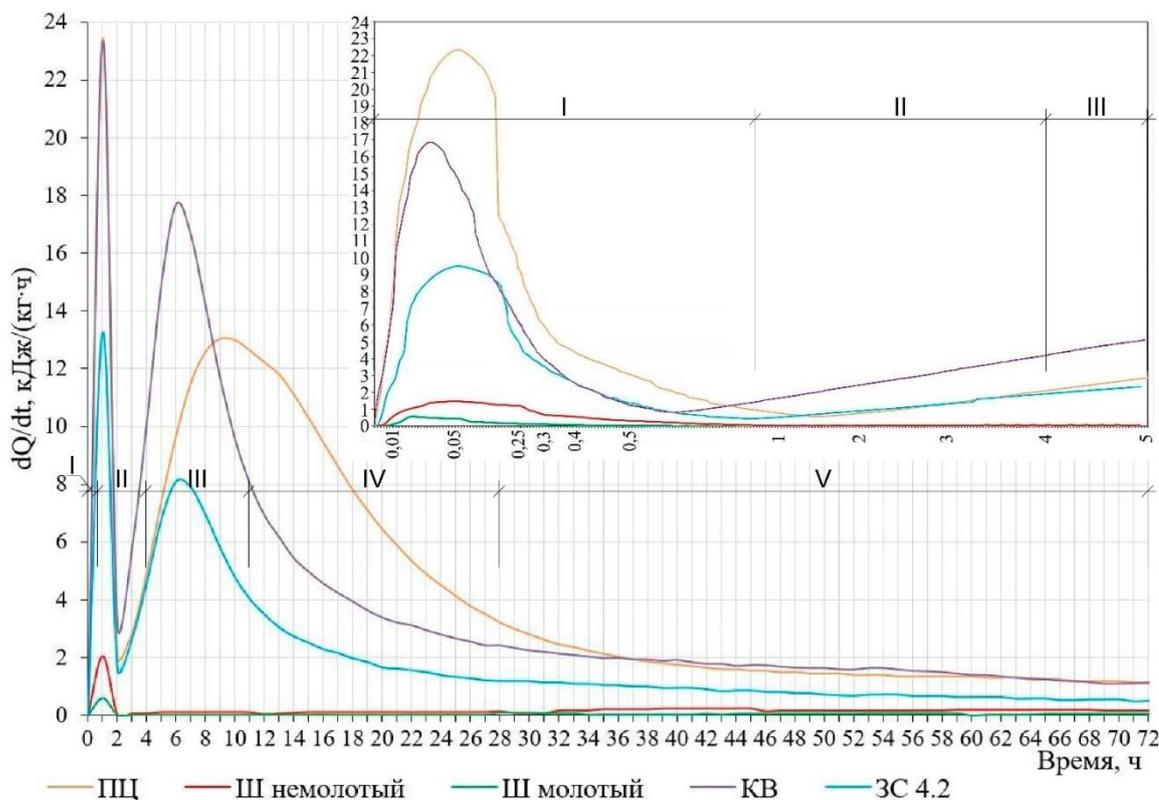


Рисунок 5.5 – Кинетика тепловыделения портландцемента (ПЦ), шлака доменного гранулированного немолотого (Ш немолотый), шлака доменного гранулированного молотого (Ш молотый), композиционное вяжущее (КВ), закладочная смесь состава 4.2 (ЗС состава 4.2)

Наибольшее тепловыделение 22,5 кДж/(кг·ч) в период $\approx 0-1$ ч отмечается у ПЦ. Согласно теоретическим положениям [180] клинкерные минералы гидратируют в следующей последовательности $C_3A > C_3S > C_4AF > C_2S$, что обусловлено их химическим составом.

Установлена последовательность кинетики тепловыделения исследуемых материалов, которая позволяет их ранжировать в следующем порядке от большего к меньшему у ПЦ \rightarrow КВ \rightarrow ЗС 4.2 \rightarrow Ш немолотого \rightarrow Ш молотого. Шлак в любой форме обладает малым тепловыделением, о чем свидетельствует его химический и минералогический составы. Понижение тепловыделения от ПЦ до ЗС состава 4.2 объясняется снижением содержания ПЦ и увеличением содержания Ш в компонентных составах. Ранний интенсивный пик в начальном и ускоренном периодах тепловыделения у КВ объясняется его высокой удельной поверхностью $920 \text{ м}^2/\text{кг}$.

Следует отметить, что Ш немолотый обладает более высоким тепловыделением по сравнению с Ш молотым, что объясняется наличием значительного количества разветвленной поверхности и свободной термически активной фазы оксида кальция на поверхности немолотых частиц.

Анализ научной литературы [181-183] показывает, что увеличение температуры, дисперсности и водоцементного отношения системы повышает скорость тепловыделения. Кривые рисунка 5.6 свидетельствуют о повышенной скорости тепловыделения КВ в начальный период времени (до ≈ 15 ч), обусловленные высокой удельной поверхностью (см. гл. 4). Высокая дисперсность обеспечивает большую площадь поверхности смачивания, что предопределяет увеличение скорости реакции вяжущих с водой. Анализ графика (рисунок 5.6) показывает, что шлак молотый и немолотый обладают низкими показателями скорости тепловыделения. Скорость кинетики тепловыделения образцов КВ и ЗС состава 4.2 ниже, чем у ПЦ, что объясняется различным содержанием Ш.

Сравнивая скорость тепловыделения КВ и ПЦ отмечается, что показатели в промежутке $\approx 4-15$ ч выше у КВ на ≈ 30 кДж/кг, но при дальнейших исследованиях в периоде $\approx 15-72$ ч скорость тепловыделения ПЦ растет быстрее и больше показателя КВ на $\approx 30-50$ кДж/кг. Максимальная скорость тепловыделения показывает ПЦ, что составляет ≈ 300 кДж/кг.

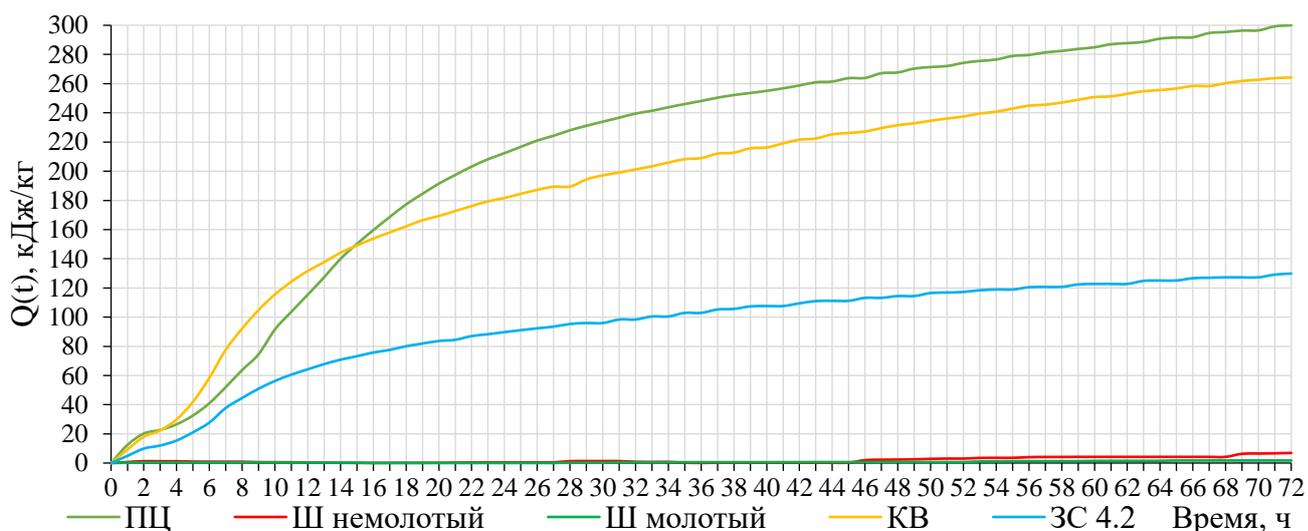


Рисунок 5.6 – Кинетика тепловыделения портландцемента (ПЦ), шлака доменного гранулированного немолотого (Ш немолотый), шлака доменного гранулированного молотого (Ш молотый), композиционное вяжущее (КВ), закладочная смесь 4.2 (ЗС состава 4.2)

Таким образом, Ш обладает низкими показателями тепловыделения и малой скоростью тепловыделения, вследствие особенностей своих химического и минералогического составов, определяющих низкую гидравлическую активность. Применение Ш при приготовлении КВ и ЗС в качестве наполнителей и заполнителей обеспечивают низкую экзотермию при твердении закладочных смесей, что удовлетворяет установленным требованиям.

5.3 Микроструктура гидратированных закладочных смесей

Исследования микроструктуры образцов закладочных растворов в возрасте 28 и 180 сут были проведены с учетом методов сравнительного анализа. Микроструктура поверхности скола образца закладочного раствора под шифром 1.2 (таблица 5.2, рисунок 5.7) характеризуется плотной разноориентированной кристаллической структурой. В возрасте 28 сут у образцов (рисунок 5.7) не наблюдается ритмически-направленной структуры кристаллических образований, однако, установлено плотное прорастание чешуйчатых кристаллов гидросиликатов кальция и образование игольчатых кристаллов эттрингита. Отмечается прорастание удлинённо-пластинчатых кристаллов деллаита, образующихся преимущественно в порах, прожилках и на частицах минерального наполнителя. Микроснимки образца закладочного раствора 1.2 в возрасте 180 сут (таблица 5.2, рисунок 5.7, а2) свидетельствуют о более плотной структуре зарастания кристаллической фазой тела образца, чем образца в возрасте 28 сут, что подтверждается физико-механическими характеристиками. В результате кристаллизации новообразований в порах с возрастом наблюдается постепенное зарастание пор и увеличение плотности закладочного раствора.

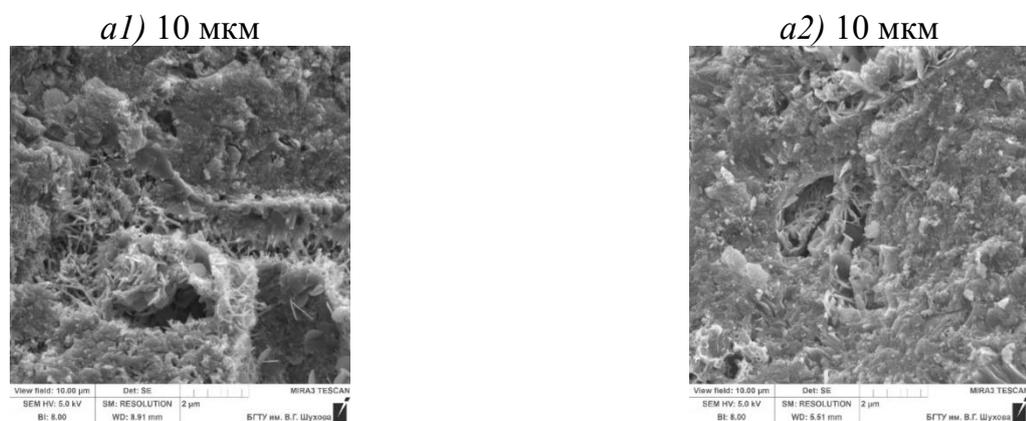


Рисунок 5.7 – Микроструктура поверхности скола образца закладочного массива шифра 1.2: *a1* – в возрасте 28 сут; *a2* – в возрасте 180 сут

На микрофотографиях образца закладочного раствора 2.2 в возрасте 28 сут (таблица 5.2, рисунок 5.8) наблюдается структура, состоящая из отдельных блоков-агрегатов, связанных между собой призматическими кристаллами гидроксида кальция, игольчатыми кристаллами этtringита. Основная масса блоков-агрегатов представлена плотной структурой кристаллической фазы – параллельно сросшиеся пластинчатые и призматические кристаллы с наличием малого количества удлиненно-пластинчатых кристаллообразований деллаита в порах. Микроскопия образцов ЗМ 2.2 в возрасте 180 сут (таблица 5.2, рисунок 5.8) определяется как уже более стабильная плотная структура кристаллообразований, состоящая из разноориентированных блоков кристаллических фаз. Отчетливо просматриваются плотные зарастания кристаллами с зазубренными краями белита, местами наблюдаются параллельно ориентированные слои призматических кристаллов. Сравнивая образцы в возрасте 28 и 180 сут отмечается, что с увеличением сроков твердения уменьшается количество пор (увеличение 100 мкм и 10 мкм).

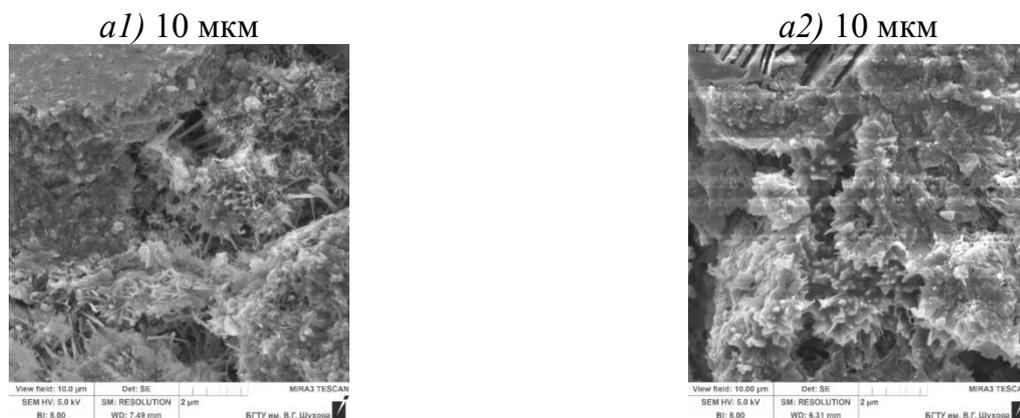


Рисунок 5.8 – Микроструктура поверхности скола образца закладочного массива шифра 2.2: *a1* – в возрасте 28 сут; *a2* – в возрасте 180 сут

Для закладочных растворов 3.2 установлена блочная структура с большим количеством пор (таблица 5.2, рисунок 5.9). Отмечается, что совершенно по-другому протекает кристаллизация новообразований в порах образца. При достаточной влажности окружающей среды в свободном пространстве закладочных растворов 3.2 в возрасте 28 сут создаются условия для роста правильных длинных игольчатых кристаллов (таблица 5.2, рисунок 5.9). Преимущественно игольчатые кристаллы имеют форму призм с зазубринами, что свидетельствует о их слоистом

строении. Закладочные растворы 3.2 в возрасте 180 сут обладают уже достаточно большой плотностью формирования поликристаллов (рисунок 5.8).

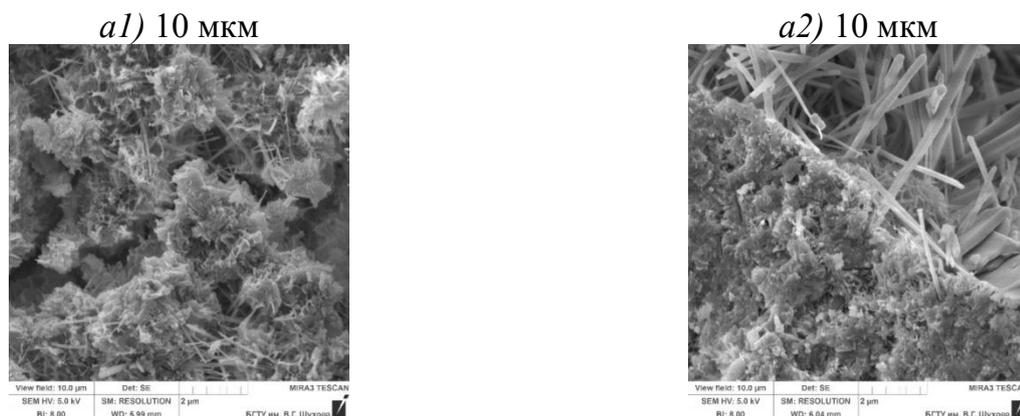


Рисунок 5.9 – Микроструктура поверхности скола образца закладочного массива шифра 3.2: *a1* – в возрасте 28 сут; *a2* – в возрасте 180 сут

Выявлено, что к 180-суточному возрасту закладочный раствор 3.2 имеет жесткую скелетную структуру с минимальным количеством пор: плотная структура прорастания пластинчатых (чешуйчатых) поликристаллов с одновременным формированием призматических кристаллов гидросиликатов кальция.

Микрофотографии закладочных растворов 4.2 в возрасте 28 сут (таблица 5.2, рисунок 5.10) свидетельствуют о наличии пористой блочно-ритмической структуры, предположительно, сформированной вследствие испарения избыточной воды, которая необходима для создания ЗС с требуемыми технологическими характеристиками. Блочно-ритмическая структура характеризуется образованием отдельных центров кристаллизации преимущественно гидросиликатов кальция (чешуйчатая кристаллическая структура), с последующим развитием слоев новообразований. В возрасте 180 сут у ЗМ 4.2 (таблица 5.2, рисунок 5.10) установлено уплотнение структуры кристаллообразований, выявлено зарастание поровидных пространств кристаллами различной формы (преимущественно чешуйчатыми кристаллами). В местах прожилок и пор наблюдаются вторичные формирования мелких кристаллических игл.

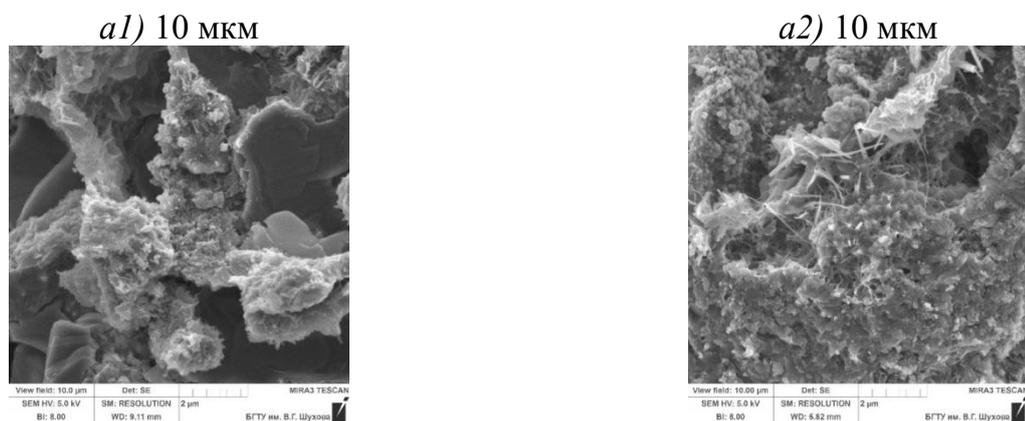


Рисунок 5.10 – Микроструктура поверхности скола образца закладочного массива шифра 4.2: *a1* – в возрасте 28 сут; *a2* – в возрасте 180 сут

Образец шифра 1.2 характеризуется наименьшей пористостью. Установлено, что при увеличении содержания ГЗ пористость образцов увеличивается, при этом снижается количество вяжущего, но общая водопотребность ЗС возрастает. Следует отметить, что при оптимальном соотношении ГЗ, КВ и воды обеспечивается наименьшая пористость закладочных смесей, что присуще составу 1.2.

Следует отметить, что образец закладочного раствора с шифром 4.2 обладает наибольшей плотностью вследствие высокого объемного веса входящих компонентов, но вместе с этим имеет высокую пористость в результате избыточного содержания воды в закладочной смеси.

На основании вышеизложенного можно утверждать, что наиболее перспективными образцами закладочных смесей из исследуемых в микроструктурном анализе с точки зрения наибольших физико-механических характеристик для дальнейших исследований являются образцы под шифрами 1.2, 2.2, а наиболее экономически выгодным является образец под шифром 3.1, так как в его составе наименьшее содержание вяжущего, как наиболее дорогостоящего энергоемкого компонента.

5.4 Разработка технологии изготовления закладочных смесей

Согласно проведенным научно-экспериментальным исследованиям предложен ряд рациональных составов закладочных смесей, внедрение в технологический процесс которых обеспечит возможность вести закладку выработанного

пространства менее затратными закладочными смесями при обеспечении требуемых технологических и физико-механических показателей.

Способ производства закладочных смесей обуславливается компонентным составом, видом исходных материалов и горно-геологическими условиями местности [190-195]. Способы производства закладочных смесей подразделяются на три основных вида: обычный, отдельный и полуротдельный (рисунок 5.11).



Рисунок 5.11 – Способы производства закладочных смесей

Для рудника Яковлевского горно-обогатительного комбината (ООО «Корпанга») предпочтительным является «обычный» способ производства закладочной смеси, позволяющий использовать оборудование в непрерывном и циклическом режимах работы. Сущность обычного способа приготовления закладочной смеси заключается в том, что сырьевые компоненты смеси, прошедшие помол, дозирование и ряд других технологических этапов, в конечном итоге перемешиваются и затворяются водой. Далее, в соответствии с принятым способом доставки, закладочная смесь транспортируется к выработанному пространству.

Производство закладочных смесей, разработанных с применением композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлаков доменных гранулированных, осуществляли по технологической схеме, приведенной на рисунке 5.12.

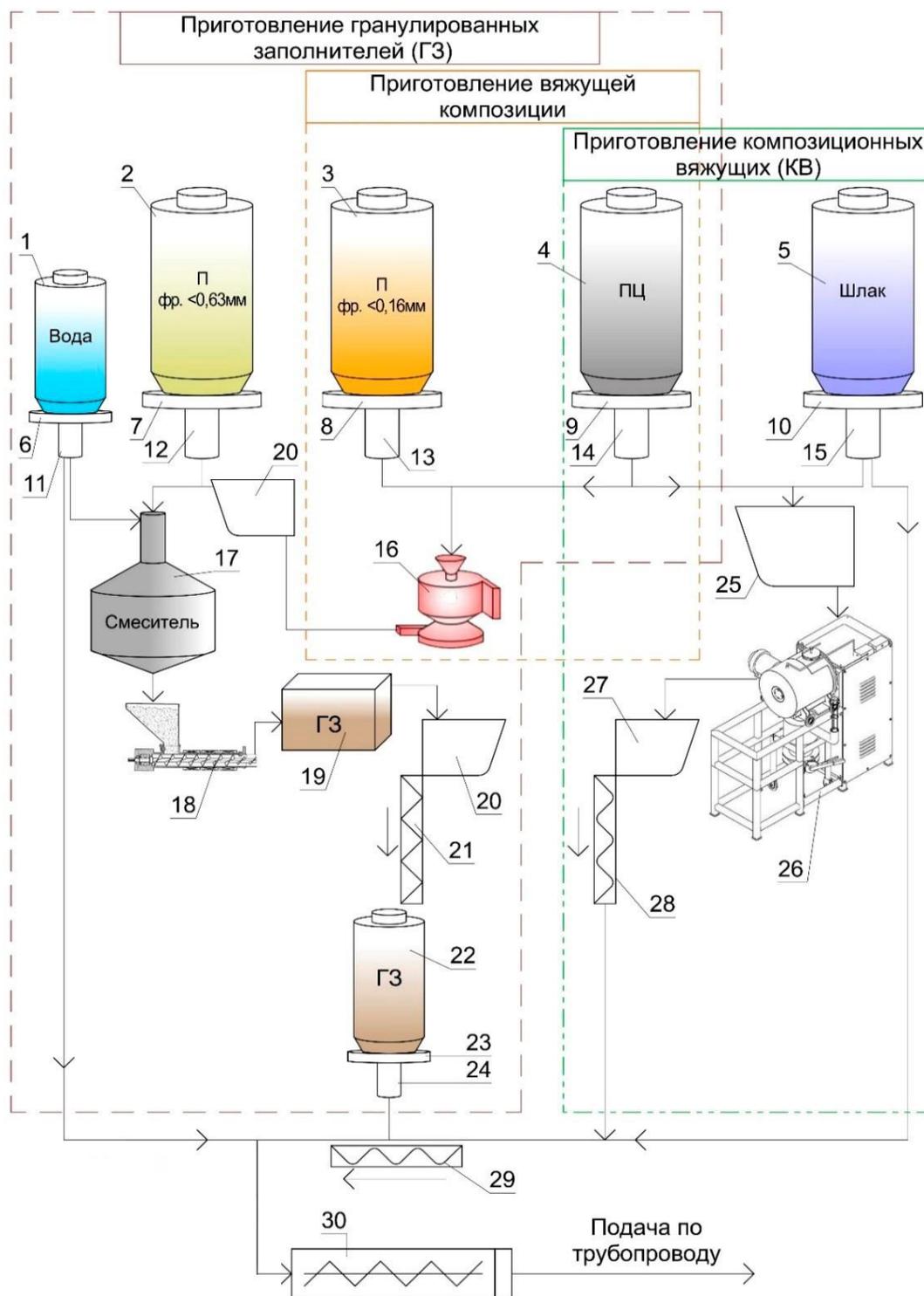


Рисунок 5.12 – Технологическая схема производства закладочной смеси:
 1 – емкость хранения воды; 2 – силос кварцевого песка фр. $\leq 0,63$ мм;
 3 – силос кварцевого песка фр. $\leq 0,16$ мм; 4 – силос портландцемента;
 5 – силос шлака; 6 – дозатор воды; 7 - 10, 23 – дозаторы материалов;
 11 – насос; 12, 13, 14, 15, 24 – пневмонасосы; 16 – вихревая струйная мельница ВСМ-01;
 17 – спирально-лопастной смеситель; 18 - шнековый гранулятор «ФС-020»;
 19 – туннельная камера набора прочности гранулированных заполнителей;
 20, 25, 27 – промежуточный бункер; 21 – ковшовый ленточный элеватор;
 22 – силос гранулированных заполнителей; 26 – роторно-шаровая мельница с
 принудительным охлаждением РШМ-НАНОМОЛ-500-56; 28, 29 – ленточно-скребковый
 транспортер; 30 - смеситель

Технологическая схема производства закладочных смесей разделена на две основных стадии: приготовление гранулированных заполнителей и приготовление композиционных вяжущих. Приготовление гранулированных заполнителей включает промежуточную стадию производства вяжущих композиций. После приготовления всех компонентов идет заключительная стадия производства закладочных смесей.

Приготовление вяжущих композиций. Портландцемент и кварцевый песок фр. $\leq 0,16$ мм поступают из силосов 3, 4 пневмонасосами 13, 14 с применением электродозаторов 8, 9, с последующим перемешиванием и помолем в вихревой струйной мельнице ВСМ-01. Полученные вяжущие композиции перемещают в бункер хранения 20.

Приготовление гранулированных заполнителей. Кварцевый песок фр. $\leq 0,63$ мм (силос 2), ранее приготовленные вяжущие композиции (промежуточный бункер 20) и водузатворения (емкость хранения 1) подают в спирально-лопастной смеситель 17 в установленном количестве через дозаторы 6, 7 с помощью пневмонасосов 11, 12, после чего полученные смеси перемещают в шнековый гранулятор «ФШ-020» 18. В процессе экструзионного формования в шнековом грануляторе «ФШ-020» 18 получают гранулированные заполнители цилиндрической формы, далее которые набирают прочность в туннельной камере набора прочности 19. Далее гранулированные заполнители перемещают в силос хранения 22 со встроенным дозатором 23 и пневмонасосом 24.

Приготовление композиционных вяжущих. Портландцемент и шлак доменный гранулированный поступают из силосов 4, 5 в установленном количестве через дозаторы 9, 10 с использованием пневмонасосов 14, 15 в промежуточный бункер 25. Далее сухую смесь из промежуточного бункера перемещают в роторно-шаровую мельницу РШМ-НАНОМОЛ-500-56 26, где проходит помол до высокой удельной поверхности. Полученные композиционные вяжущие после помола выгружают в промежуточный бункер 27, совмещенный с ленточно-скребковым транспортером 28.

Приготовление закладочных смесей. Ранее полученные композиционные вяжущие, шлак доменный гранулированный, гранулированные заполнители перемещают ленточно-скребковым транспортером 29 в смеситель 30, одновременно производится подача воды для затворения смесей. Далее полученные закладочные смеси подают по трубопроводу в зону выработанного пространства.

5.5 Разработка нормативно-технической документации и промышленная апробация

Для апробации разработанных закладочных смесей и проведения полупромышленных испытаний в условиях производства на базе ООО «Стройтехнология» получена полупромышленная партия гранулированных заполнителей (**приложение Е**), композиционных вяжущих (**приложение Ж**) и закладочных смесей (**приложение И**).

Разработаны и согласованы с предприятием ООО «Стройтехнология» технические условия для выпуска гранулированных заполнителей определенного назначения, физико-механических, технологических свойств (**приложение К**), для выпуска композиционных вяжущих специального назначения (**приложение Л**) и выпуска закладочных смесей определенного назначения и с требуемыми свойствами (**приложение М**). Также на базе ООО «Стройтехнология» подготовлен пакет документов: технологические регламенты для организации выпуска гранулированных заполнителей (**приложение Н**), композиционных вяжущих (**приложение П**) и закладочных смесей (**приложение Р**).

Получена выписка из протокола заседания научно-технического совета открытого акционерного общества «Всероссийский научно-исследовательский институт по осушению месторождений полезных ископаемых, защите инженерных сооружений от обводнения, специальным горным работам, геомеханике, геофизике, гидротехнике, геологии и маркшейдерскому делу» №4 от 27 октября 2023 года (**приложение С**).

Результаты научно-исследовательской работы внедрены в учебный процесс при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Строительство» (**приложение Т**).

Получен патент РФ на изобретение № 2022110127/03(021274) «Гранулированный заполнитель для бетонной смеси, состав бетонной смеси для получения бетонных строительных изделий, бетонное строительное изделие» (**приложение У**).

5.6 Обоснование экономической целесообразности выпуска и применения закладочных смесей

С целью обоснования экономической эффективности производства разработанных ЗС выполнен экономический расчет по укрупненным показателям.

С позиции экономии портландцемента, расчет экономической эффективности выполнен для наиболее рационального состава 3.1. Для установления количества содержания в разработанной закладочной смеси исходных компонентов выполнен пересчет процентных единиц в массовые. Проведен пересчет компонентного состава закладочной смеси к исходным сырьевым компонентам (портландцемент, шлак доменный гранулированный и песок кварцевый) в процентных соотношениях:

$$\begin{aligned} \text{КВ} : \text{Ш} : \text{ГЗ} &= 25,3\%(\text{КВ}) : 50,7\%(\text{Ш}) : 24\%(\text{ГЗ}) \rightarrow \\ &\rightarrow 15,1\%(\text{ПЦ}) / 10,2\%(\text{Ш}) : 50,7\%(\text{Ш}) : 21,6\%(\text{П}) / (1,9\%(\text{ПЦ}) / 0,5\%(\text{П})) \rightarrow \\ &\rightarrow 17\%(\text{ПЦ}) : 60,9\%(\text{Ш}) : 22,1\%(\text{П}), \end{aligned}$$

где КВ = ПЦ / Ш = 15,1%ПЦ / 10,2%Ш – композиционное вяжущее; Ш – шлак;
ГЗ = П / (ПЦ / П) = 21,6%П / (1,9%ПЦ / 0,5%П) – гранулированный наполнитель.

Переведем полученные процентные соотношения компонентов в массовые единицы (килограммы), при необходимом объеме для приготовления 1 м³ закладочной смеси. Для приготовления 1 м³ закладочной смеси требуется: портландцемента – 247 кг, шлака доменного гранулированного – 879 кг, песка кварцевого – 319 кг.

$$247 \text{ кг (ПЦ)} : 879 \text{ кг(Ш)} : 319 \text{ кг(П)}$$

Расчеты экономической эффективности проводили по сравнительно-аналитической методике, объектом сравнения были приняты данные о закладочных смесях и оборудовании ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК. Сведения о затратах на закупку и доставку компонентов для производства ЗС представлены в таблице 5.3.

Для полноценного расчета экономической эффективности проведен анализ затрат на покупку оборудования и электроснабжения при производстве ЗС, приведенный в таблице 5.4. При составлении таблицы 5.4 учитывалось, что при запуске нового производства будет закуплено новое современное оборудование в полном объеме.

Таблица 5.3 – Материальные затраты на закупку и доставку компонентов для производства закладочных смесей

№ материала	Материал	Масса материала на 1 м ³ , кг	Занимаемый объем в сухом состоянии, м ³	Цена материала на 1 м ³ , руб.	Цена доставки материала на 1 м ³ , руб.	Затраты на 1 м ³ , руб.	Месячные затраты (90000 м ³), тыс. руб.	Годовые затраты, тыс. руб.
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Разработанная закладочная смесь								
1	Портландцемент	247	0,23	1500	200	1700	153000	1836000
2	Шлак доменный гранулированный	879	0,97	500		500	45000	540000
3	Кварцевый песок	319	0,22	0	50	50	4500	54000
	ИТОГО					2250	202500	2430000
ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК								
1	Портландцемент	400	0,36	2400	200	2600	234000	2808000
2	Кварцевый песок	1200	0,83	0	200	200	18000	216000
3	Шлак доменный гранулированный	260	0,28	500		500	45000	540000
	ИТОГО					3300	297000	3564000
Примечание: Объем выработки подземного пространства принят 90000 м ³ /мес.								

Сроки окупаемости в процессе внедрения нового производства с последовательной покупкой современного оборудования рассчитаны по формуле (5.1):

$$\Delta T = \frac{N_{\text{оборудования}}}{(K_1 - K_2) + (I_1 - I_2)}, \quad (5.1)$$

где $N_{\text{оборудования}}$ – стоимость нового оборудования, тыс. руб.; K_1 – годовые затраты на приобретение материалов для производства закладочных смесей ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК, тыс. руб.; K_2 – годовые затраты на приобретение материалов для производства разрабатываемых закладочных смесей, тыс. руб.; I_1 – годовые затраты на электроэнергию при производстве закладочных смесей на существующем оборудовании ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК, тыс. руб.; I_2 – годовые затраты на электроэнергию при производстве разрабатываемых закладочных смесей на новом приобретенном оборудовании, тыс. руб.

$$\Delta T = \frac{408450}{(3564000 - 2430000) + (9155200 - 9149760)} = 0,4 \text{ года}$$

Таблица 5.4 – Материальные затраты на покупку оборудования и электроснабжение

№ оборудования	Оборудование	Стоимость оборудования, тыс. руб.	Кол-во, шт.	Стоимость оборудования всего, тыс. руб.	Затраты электроэнергии в час одного прибора, кВт	Время работы одного прибора, мин.	Затраты электроэнергии на 1 м ³ закладки, кВт-ч	Цена затрачиваемой электроэнергии на 1 м ³ закладки, руб.	Месячные затраты (90000м ³), тыс.руб.	Годовые затраты, тыс.руб
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Оборудование для производства разрабатываемой закладочной смеси										
1	Вихревая струйная мельница ВСМ-01	1250	20	25000	2,1	144	100	600	54000	648000
2	Шнековый гранулятор «ФШ-020»	2120	20	42400	22	30	220	1320	118800	1425600
3	Роторная шаровая мельница РШМ-НАНОМОЛ-500-56	10250	20	205000	75	15	375	2250	202500	2430000
4	Силос хранения СЦ-32	1000	30	30000	0	-	0	0	0	0
5	Спирально-лопастной смеситель ЗТФ-06	1500	20	30000	11	30	110	660	59400	712800
6	Туннельная камера набора прочности градуированных заполнителей	2400	20	48000	50	15	250	1500	135000	1620000
7	Транспортер	1000	6	6000	10,25	30	30,75	184,5	16505	199260
8	Дозатор ДЦТ-200	300	30	9000	1,5	45	33,75	202,5	18225	218700
9	Пневмонасос	300	30	9000	13	45	292,5	1755	157950	1895400
10	Промежуточный бункер БСП-3,5	270	15	4050	0	-	0	0	0	0
	ИТОГО	18518	-	408450	185,6	-	1412	8472	762480	9149760
Оборудование ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК										
1	Силос хранения СЦ-32	-	40	-	0	-	0	0	0	0
2	Спирально-лопастной смеситель ЗТФ-06	-	20	-	11	30	110	660	59400	712800
3	Транспортер	-	20	-	30	30	300	1800	162000	1944000
4	Дозатор материала	-	40	-	6	45	180	1080	97200	1166400
5	Пневмонасос	-	40	-	30	45	900	5400	444300	5332000
	ИТОГО	-	-	-	68	-	1490	8940	762900	9155200

Примечание: 1. Цифра 0 в столбце означает наличие данного оборудования на площадке. 2. Скорость выработки пространства принять 4150 м³/мес. 3. Цена 1 кВт-ч = 6 руб.

Окупаемость инвестиций при внедрении линии технологического производства разрабатываемых закладочных смесей на руднике ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК составит не более 0,4 года при объеме выработки 90000 м³/мес.

На основании выше выполненных расчетов и таблиц 5.3 и 5.4, следует сделать вывод, что разработанные закладочные смеси для применения на руднике ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК являются наиболее экономически эффективными, что дает основание рекомендовать разработанные закладочные смеси для внедрения в производство.

5.7 Проведение натуральных испытаний на контрольном участке ООО «Стройтехнология»

На участке производственном объекте ООО «Стройтехнология» проведены испытания образца в форме куба размерами 1,0x1,0x1,0м закладочного массива (рисунок 5.13).



Рисунок 5.13 – Кубический образец закладочного массива

Процесс подготовки, формования и испытаний включал 4 основных этапа:

1. Предварительно выполнена установка щитовой опалубки из ориентированно-стружечной плиты.

2. Производилось заполнение формы закладочной смесью с соотношением компонентов: КВ: Ш :ГЗ = 25,3%(КВ) : 50,7%(Ш) : 24%(ГЗ).

3. Этап набора прочности массива в течение 28 сут при атмосферном воздействии (с целью получения наиболее достоверных результатов массив был укрыт полиэтиленовой пленкой, для предотвращения атмосферных осадков).

4. Определение прочностных характеристик проводилось с использованием прибора для оперативного контроля прочности бетонов и растворов «ОНИКС-2.6». Прочностные показатели на различных участках подготовленного массива представлены в таблице 5.5.

В результате статистической обработки получили следующие значения: среднее квадратичное отклонение генеральное $S_f = 0,198$; среднее квадратичное отклонение по выборке $S_b = 0,203$; коэффициент вариации $V = 1\%$.

Таблица 5.5 – Результаты натурного обследования прочности закладочного массива

№ точки	Участок определения прочности	Высота определения от подошвы массива, м	Прочность «ОНИКС-2.6», МПа	
			28 сут	180 сут
1.1	Вертикальная грань 1	0,2	14,1	17,2
1.2		0,35	14,0	17,1
1.3		0,5	14,0	17,0
1.4		0,65	13,7	17,0
1.5		0,8	13,6	16,9
2.1	Вертикальная грань 2	0,2	14,2	17,1
2.2		0,35	14,2	17,1
2.3		0,5	13,8	17,1
2.4		0,65	13,9	17,0
2.5		0,8	13,9	16,9
3.1	Вертикальная грань 3	0,2	13,9	17,2
3.2		0,35	14,0	17,1
3.3		0,5	13,9	17,0
3.4		0,65	13,8	17,0
3.5		0,8	13,5	16,9
4.1	Вертикальная грань 4	0,2	14,2	17,1
4.2		0,35	14,1	17,1
4.3		0,5	14,0	17,0
4.4		0,65	13,9	16,9
4.5		0,8	13,6	16,8

Анализ полученных результатов свидетельствует о том, что условный класс по прочности в разных точках закладочного массива соответствует требованиям, предъявляемым к закладочным смесям. Однако прочностные показатели натурно-

го образца закладочного массива меньше, чем прочностные показатели образцов, полученных в лабораторных условиях, что свидетельствует о разности воздушно-влажностных условий хранения образцов в течение 28 и 180 сут. Отмечается незначительный разброс прочностных показателей в разных участках кубического тела, что отвечает нормативно-техническим требованиям, предъявляемым к закладочному массиву.

Таким образом, подготовлен и испытан закладочный массив на основе разработанных закладочных смесей с компонентным составом КВ : Ш : ГЗ = 25,3%(КВ) : 50,7%(Ш) : 24%(ГЗ), который показал прочностные показатели в нормируемых пределах, указанных в регламенте технологического производственного процесса в условиях подземного рудника Яковлевского горно-обогатительного комбината (ООО «Корпанга»).

5.8 Выводы по главе 5

1. Установлены наиболее перспективные составы закладочных смесей:

– состав 1.3 с точки зрения наибольших прочностных характеристик: КВ=54%, Ш=36%, ГЗ=10%, В/Ц=0,67 с прочностью на сжатие в возрасте 2, 28 и 180 сут: $R_{сж2сут}=11,1$ МПа; $R_{сж28сут}=25,8$ МПа; $R_{сж180сут}=26,1$ МПа;

– состав 3.1 с точки зрения требуемых прочностных характеристик и наименьшей себестоимости: КВ=25,3%, Ш=50,7%, ГЗ=24%, В/Ц=1 с прочностью на сжатие в возрасте 2, 28 и 180 сут: $R_{сж2сут}=3,3$ МПа; $R_{сж28сут}=15,5$ МПа; $R_{сж180сут}=18,2$ МПа.

Установлено, что гранулированные заполнители усиливают закладочный массив путем распределения части растягивающих и сжимающих напряжений и выступают внутренними демпферами системы.

2. Анализ рентгенограмм составов 1,2; 2,2; 3,2; 4,2 свидетельствует о присутствии всех гидратных фаз, свойственных цементным системам с содержанием шлака. Отмечается, что на дифрактограммах с содержанием гранулированного заполнителя появляется дифракционный максимум, свойственный минералу деллаиту $6CaO \cdot 3SiO_2 \cdot H_2O$.

Присутствие деллаита обеспечивает дополнительную прочность раствору вследствие формирования кристаллической пластинчатой и призматической структуры. Установлено, что формирование деллаита происходит вследствие совокупности ряда факторов: повышенное содержание $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в системе; определенное соотношение сухих компонентов в пределах $\text{КВ}=45\%$, $\text{Ш}=45\%$, $\text{ГЗ}=10\%$; при $\text{В/Ц}=0,75$.

Кинетика нарастания прочности закладочных смесей в большей степени зависит от дисперсности шлака, портландцемента и композиционных вяжущих. Учитывая повышенную влажность и высокую температуру в зонах закладки, использование шлака, как наполнителя в композиционных вяжущих целесообразно.

3. Установлена последовательность кинетики тепловыделения исследуемых материалов, которая позволяет их ранжировать в следующем порядке от большего к меньшему у ПЦ → КВ → ЗС 4.2 → Ш немолотый → Ш молотый.

Установлено, что шлак обладает низкими показателями тепловыделения и малой скоростью тепловыделения. Применение шлаков при приготовлении КВ и ЗС в качестве наполнителей и заполнителей обеспечивают низкую экзотермию при твердении закладочных массивов, что удовлетворяет установленным требованиям.

4. Микроструктура образцов подтверждает протекание сложных гидратационных процессов и указывает на различную морфологию прорастания кристаллов в образцах разных составах. Установлено, что микроструктура всех образцов характеризуется наличием отдельных центров кристаллизации, преимущественно гидросиликатов кальция, с последующим развитием слоев новообразований. Основная масса снимков микроструктуры образцов преимущественно характеризуется прорастанием удлинённо-пластинчатых кристаллов деллаита, образующихся в порах, прожилках и на частицах минерального наполнителя. Отмечается, что кристаллы деллаита активно образуются в образце 1.2. Микроснимки образца закладочного массива 1.2 в возрасте 180 сут свидетельствуют о более плотной структуре зарастания кристаллической фазой тела образца, чем образца в возрасте 28 сут, что подтверждается физико-механическими характеристиками, что увеличивает плотность и прочность закладочного массива.

5. Предложен ряд рациональных составов широкого диапазона закладочных смесей, внедрение которых в технологический процесс обеспечит возможность вести закладку выработанного пространства менее затратными закладочными смесями при обеспечении требуемых технологических и физико-механических показателей. Разработанные закладочные смеси полностью вписываются в требования Регламента технологического производственного процесса Яковлевского горно-обогатительного комбината (ООО «Корпанга») и обеспечивают наиболее рациональный самотечный способ транспортирования закладочной смеси к месту укладки.

6. Разработана технологическая схема производства закладочных смесей, включающая две основные составляющие: приготовление гранулированных заполнителей на основе вяжущих композиций, включающих совместно механоактивированных мелкодисперсный песок и портландцемент в вихревой струйной мельнице, и композиционное вяжущее, полученное механоактивацией шлаков – отходов переработки железных руд Яковлевского рудника и портландцемента.

7. Для апробации разработанных закладочных смесей и проведения полупромышленных испытаний в условиях производства на базе ООО «Стройтехнология» получена полупромышленная партия гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей. Разработаны технические условия для выпуска гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей. Подготовлены технологические регламенты для организации выпуска гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей. Результаты научно-исследовательской работы внедрены в учебный процесс при подготовке бакалавров и магистрантов по направлению «Строительство».

8. Проведенные натурные испытания закладочного раствора, отформованного в виде массива и выдержанного в течение 28 и 180 сут в естественных условиях свидетельствуют, что закладочный массив на основе разработанных закладочных смесей с компонентным составом $KB : Ш : ГЗ = 25,3\%(KB) : 50,7\%(Ш) : 24\%(ГЗ)$, обладает прочностными показателями в нормируемых пределах 13,5-14,2 МПа (в возрасте 28 сут) и 16,8-17,2 МПа, определяемых Регламентом техно-

логического производственного процесса в условиях подземного рудника Яковлевского горно-обогатительного комбината (ООО «Корпанга»).

9. Проведенные расчеты экономической эффективности посредством сравнительно-аналитической методики, при которой объектом сравнения приняты данные о закладочных смесях и используемом оборудовании ООО «Корпанга» (Яковлевский ГОК), показали, что окупаемость инвестиций при внедрении предложенной линии технологического производства и разработанных закладочных смесей на руднике ООО «Корпанга» составит не более 0,4 года при объеме выработки железной руды 90000 м³/мес.

Таким образом, разработанная технология и составы закладочных смесей для применения на руднике ООО «Корпанга» Яковлевский ГОК являются экономически эффективными, что дает основание рекомендовать разработанные закладочные смеси для внедрения в производство.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Итоги выполненного исследования. Предложено научно обоснованное технологическое решение, обеспечивающее получение закладочных смесей с требуемыми физико-механическими характеристиками, заключающееся в использовании композиционных вяжущих, полученных механоактивацией портландцемента и шлака доменного гранулированного в роторной шаровой мельнице; гранулированного заполнителя, приготовленного методом экструзионного формования в шнековом грануляторе смеси мелкого кварцевого песка и вяжущей композиции, полученной путем механоактивации портландцемента и мелкого кварцевого песка в вихревой струйной мельнице. Механоактивация, рациональный подбор компонентов и параметров изготовления композиционных вяжущих, шлаков и вяжущих композиций, в совокупности с гранулированным заполнителем, обеспечивает получение закладочных смесей с пределом прочности на сжатие 11,9...25,8 МПа.

Предложена феноменологическая модель структурообразования закладочных смесей, состоящих из композиционного вяжущего, гранулированного заполнителя и шлака. Наличие гранулированного заполнителя, выступающего в роли внутренних демпферов системы, усиливает прочность закладочного массива вследствие перераспределения части растягивающих и сжимающих напряжений. Механоактивация вяжущих композиций, содержащих портландцемент и мелкий кварцевый песок, способствует аморфизации верхнего слоя частиц кремнеземного компонента, благодаря чему он выступает в качестве центров кристаллизации. В связи с этим, в контактных зонах закладочных массивов с рудным телом в совокупности с повышенной удельной поверхностью вяжущей составляющей, ускоряются физико-химические процессы гидратации, увеличивается количество гидратных фаз, что способствует возрастанию интегральной прочности создаваемого массива.

Установлены закономерности совместного влияния размеров фракции песка и количества вяжущей композиции на прочность гранулированного заполнителя, а также рецептурных параметров закладочных смесей: соотношения шлака доменного гранулированного и композиционного вяжущего; гранулированного заполнителя и

композиционного вяжущего; гранулированного заполнителя и шлака доменного гранулированного на прочность закладочных массивов. Полученные зависимости позволяют проводить рационализацию закладочных смесей в соответствии с требуемыми характеристиками.

Разработаны композиционные вяжущие на основе портландцемента и доменного гранулированного шлака обладают прочностью при сжатии 60,1 МПа и плотностью 1640 кг/м³. Установлено, что помол композиционных вяжущих в роторной шаровой мельнице в течение 15 мин позволяет получать материал с удельной поверхностью свыше 900 м²/кг с наличием частиц неправильной формы с рваными и оскольчатými краями, уплотняющими структуру цементного камня.

На основе мелкодисперсных песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм и вяжущих композиций, полученных совместным измельчением мелких кварцевых песков и портландцемента в вихревой струйной мельнице, приготовлены гранулированные заполнители широкой номенклатуры, усиливающие закладочный массив путем перераспределения растягивающих и сжимающих напряжений.

Разработаны компонентные составы закладочных смесей с требуемыми технологическими характеристиками и наибольшими прочностями на сжатие 25,8 МПа и на растяжение при изгибе 3,6 МПа в возрасте 28 сут на основе композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного, что удовлетворяет требованиям к закладочным смесям. Предложена технология производства закладочных смесей.

Получены многофакторные математические модели для разработки составов гранулированных заполнителей, позволяющие проводить оптимизацию производства закладочных растворов с требуемыми характеристиками.

Разработаны технические условия и технологические регламенты по получению гранулированных заполнителей, композиционных вяжущих и закладочных смесей. Получена выписка из протокола заседания научно-технического совета ОАО «ВАОГЕМ» №4 от 27 октября 2023 года, свидетельствующая, что результаты диссертационной работы представляют значительный практический интерес и реко-

мендуются для широкого внедрения при разработке проектных решений по ведению закладочных работ в подземных горных выработках.

Теоретические и экспериментальные результаты диссертационной работы могут быть **рекомендованы** к применению на предприятиях по добыче полезных ископаемых для закладки подземных выработок, а также использованы в учебном процессе при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Строительство».

Перспективы дальнейших исследований. Целесообразно разработать технологию получения гранулированных заполнителей сферической формы с использованием доменных гранулированных шлаков, получить композиционные вяжущие с повышенными прочностными характеристиками с использованием техногенных отходов КМА, а также продолжить исследования по разработке эффективных составов закладочных смесей с изучением процессов структурообразования композитов.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

ПЦ	– портландцемент (ЦЕМ 0);
П или КП	– кварцевый песок;
Щ	– щебень;
В	– вода;
Ш	– шлак доменный гранулированный;
ММС	– отходы мокрой магнитной сепарации;
МВ-20	– вибрационная мельница МВ-20;
ВСМ-01	– вихревая струйная мельница ВСМ-01;
РШМ-60-7	– роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением РШМ-60-7;
НГ	– нормальная густота;
ВК	– вяжущая композиция для приготовления гранулированных заполнителей;
ГЗ	– гранулированные заполнители;
ГРШ-50	– шнековый гранулятор «ГРШ-50»;
КВ	– композиционное вяжущее для приготовления закладочных смесей;
КВ(ПЦ)1	– портландцемент ЦЕМ 0, активированный в МВ-20;
КВ(Ш)1	– шлак доменный гранулированный, активированный в МВ-20;
КВ 1.1 - КВ 1.5	– композиционные вяжущие, активированные в МВ-20;
КВ(ПЦ)2	– портландцемент ЦЕМ 0, активированный в ВСМ-01;
КВ(Ш)2	– шлак доменный гранулированный, активированный в ВСМ-01;
КВ 2.1 - КВ 2.5	– композиционные вяжущие, активированные в ВСМ-01;
КВ(ПЦ)3	– портландцемент ЦЕМ 0, активированный в РШМ-60-7;
КВ(Ш)3	– шлак доменный гранулированный, активированный в РШМ-60-7;
КВ 3.1 – КВ 3.5	– композиционные вяжущие активированные в РШМ-60-7;
ЗМ	– закладочный массив;
ЗС	– закладочные смеси;

Шифры и компонентные составы, используемые в диссертационной работе

№ п/п	Шифр	Составы и время активации	Примечание
1	ПЦ (ПЦ0)	Портландцемент ЦЕМ 0	без активации
2	ВК-1	Портландцемент ЦЕМ 0 + 10% (кварцевого песка фракции $\leq 0,16$ мм)	активация в ВСМ-01
3	ВК-2	Портландцемент ЦЕМ 0 + 20% (кварцевого песка фракции $\leq 0,16$ мм)	
4	ВК-3	Портландцемент ЦЕМ 0 + 30% (кварцевого песка фракции $\leq 0,16$ мм)	
5	КВ(ПЦ)1	Портландцемент ЦЕМ 0 = 100% (15 мин активации)	активация в МВ-20
6	КВ(Ш)1	Шлак = 100% (15 мин активации)	
7	КВ1.1	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 90/10% (15 мин активации)	
8	КВ1.2	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 80/20% (15 мин активации)	
9	КВ1.3	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 70/30% (15 мин активации)	
10	КВ1.4	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 60/40% (15 мин активации)	
11	КВ1.5	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 50/50% (15 мин активации)	активация в ВСМ-01
12	КВ(ПЦ)2	Портландцемент ЦЕМ 0 = 100% (1 проход)	
13	КВ(Ш)2	Шлак = 100% (1 проход)	
14	КВ2.1	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 90/10% (1 проход)	
15	КВ2.2	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 80/20% (1 проход)	
16	КВ2.3	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 70/30% (1 проход)	
17	КВ2.4	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 60/40% (1 проход)	активация в РШМ-60-7
18	КВ2.5	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 50/50% (1 проход)	
19	КВ(ПЦ)3	Портландцемент ЦЕМ 0 = 100% (15 минут активации)	
20	КВ(Ш)3	Шлак = 100% (15 мин активации)	
21	КВ3.1	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 90/10% (15 мин активации)	
22	КВ3.2	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 80/20% (15 мин активации)	
23	КВ3.3	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 70/30% (15 мин активации)	Закладочные смеси
24	КВ3.4	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 60/40% (15 мин активации)	
25	КВ3.5	Портландцемент ЦЕМ 0 / Шлак = 50/50% (15 мин активации)	
26	1.1	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 30/60/10 %	
27	1.2	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 45/45/10%	Закладочные смеси
28	1.3	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 54/36/10 %	
29	2.1	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 27,7/55,3/17 %	

Шифры и компонентные составы, используемые в диссертационной работе

30	2.2	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 41,5/41,5/17 %	Закладочные смеси
31	2.3	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 49,8/33,2/17 %	
32	3.1	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 25,3/50,7/24 %	
33	3.2	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 38/38/24 %	
34	3.3	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 45,6/30,4/24 %	
35	4.1	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 33,4/66,6/0 %	
36	4.2	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 50/50/0 %	
37	4.3	Композиционное вяжущее / Шлак / Гранулированные заполнители = 60/40/0 %	

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Порцевский, А.К.** Подземные горные работы: в 4-х частях [Текст] / А.К. Порцевский. – М.: Московский государственный открытый университет, 2005. Ч.3, Ч.4. – 83 с.
2. **Байконуров, О.А.** Классификация и выбор методов подземной разработки месторождений [Текст] / О.А. Байконуров. – Алма-Ата: Наука, 1969. – 606 с.
3. Комплексное освоение рудных месторождений: проектирование и технология подземной разработки [Текст] / под ред. Д.Р. Каплунова. – М.: Изд-во. ИПКОН РАН, 1998. – 383 с.
4. **Именитов, В.Р.** Процессы подземных горных работ при разработке рудных месторождений: учебное пособие для вузов [Текст] / В.Р. Именитов; 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 504 с.
5. **Требуков, А.Л.** Применение твердеющей закладки при подземной добыче руд [Текст] / А.Л. Требуков. – М.: Недра, 1981. – 172 с.
6. **Хомяков, В.И.** Зарубежный опыт закладки на рудниках [Текст] / В.И. Хомяков. – М.: Недра, 1984. – 224 с.
7. **Кравченко, В.П.** Применение твердеющей закладки при разработке рудных месторождений [Текст] / В.П. Кравченко, В.В. Куликов. – М.: Недра, 1974. – 200 с.
8. **Крупник, Л.А.** Закладочные смеси высокой плотности, их свойства и перспективы применения [Текст] / Л.А. Крупник, Г.В. Соколов // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2005. – № 11. – С. 237-240.
9. **Хайрутдинов, М.М.** Подземная геотехнология с закладкой выработанного пространства: недостатки, возможности совершенствования [Текст] / М.М. Хайрутдинов, И.К. Шаймярдянов // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2009. – № 1. – С. 240-250.
10. **Гузанов, П.С.** Закладочные смеси на основе отходов обогащения руд в системах подземной разработки месторождений норильского промышленного района [Текст] / П.С. Гузанов, А.Э. Лытнева, А.Н. Анушенков, Е.П. Волков // Горный журнал. – 2015. – № 6. – С. 85-88.

11. **Каплунов, Д.Р.** Новая технология и оборудование для высокопроизводительной закладки выработанного пространства при подземной отработке месторождений [Текст] / М.В. Рыльникова., В.А. Арсентьев, В.В. Квитка, Р.Ш. Маннанов // Горный журнал. – 2012. – № 2. – С. 41-43.

12. **Голик, В.И.** Оптимизация нормативной прочности твердеющих смесей при закладке пустот [Текст] / В.И. Голик // Горный информационно-аналитический бюллетень – 1999. – № 3. – С. 70-72.

13. **Лесовик, Р.В.** Перспективы использования техногенного сырья для получения закладочных смесей [Текст] / Р.В. Лесовик, О.В. Казлитина, М.С. Агеева, Д.М. Сопин, М.А. Селюков // Сб. трудов Международного online-конгресса «Фундаментальные основы строительного материаловедения». – Белгород: 2017. – С. 46-49.

14. **Агеева, М.С.** Закладочные смеси на основе техногенного сырья [Текст] / М.С. Агеева, Г.А. Лесовик, Д.М. Сопин. – Белгород: Изд-во БГТУ им. В.Г. Шухова, 2014. – 160 с.

15. **Агеева, М.С.** Закладочные смеси на основе техногенного сырья Курской магнитной аномалии [Текст] / М.С. Агеева, С.М. Шаповалов, М.В. Усенко // Вестник Центрального регионального отделения Российской академии архитектуры и строительных наук. – Белгород: РААСН: БГТУ им. В.Г. Шухова, 2014. – С. 50-54.

16. **Агеева, М.С.** Закладочные смеси [Текст] / М.С. Агеева, Г.А. Лесовик, Н.В. Калашников, А.А. Митрохин // Сборник научных трудов Sworld. – 2014. – Т. 9. – № 2. – С. 14-19.

17. **Агеева, М.С.** Изучение свойств закладочных смесей на основе техногенного сырья Курской магнитной аномалии [Текст] / А.А. Капустина, Т.А. Головина, Д.Н. Помошников // Междунар. науч.-техн. конф. молодых учёных БГТУ им. В. Г. Шухова. – Белгород: Изд-во БГТУ им В.Г. Шухова, 2014. – С. 78-84.

18. **Агеева, М.С.** Повышение эффективности закладочных смесей на техногенном сырье [Текст] / М.С. Агеева, Г.А. Лесовик, Н.А. Усенко, О.Н. Михайлова // Юбилейная Междунар. науч.-техн. конф. молодых ученых, посвященная 60-летию БГТУ им. В.Г. Шухова «Научоемкие технологии и инновации». – Белгород: Изд-во БГТУ им В.Г. Шухова, 2014. – С. 123-128.

19. **Агеева, М.С.** Разработка композиционных вяжущих для закладочных смесей [Текст] / М.С. Агеева, Д.М. Сопин, А.В. Гинзбург, Н.В. Калашников, Г.А. Лесовик // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2013. – № 4. – С. 43-47.

20. **Лесовик, Г.А.** Закладочные смеси на основе техногенных песков [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.23.05.: защищена 27.12.2013 / Лесовик Галина Александровна. – Белгород: Изд-во БГТУ им. В.Г. Шухова, 2013. – 158 с.

21. **Лесовик, Г.А.** Закладочные смеси на основе техногенных песков [Текст]: автореферат дис. ... канд. тех. наук : 05.23.05 / Лесовик Галина Александровна. – Белгород, 2013. – 23 с.

22. **Сергеев, А.А.** Рациональное использование рудных месторождений [Текст] / А. А. Сергеев. – М.: Metallurgia, 1964. – 248 с.

23. **Городецкий, П.И.** Вопросы применения бетонных опор и цементированной закладки при разработке рудных месторождений [Текст] / П.И. Городецкий, Ю.И. Паненков. – М.: Госгортехиздат, 1960. – 96 с.

24. **Кудяков, А.И.** О замене портландцемента в закладочных твердеющих смесях побочными продуктами промышленного производства [Текст] / А.И. Кудяков // Новое в технологии бетона. Материалы V11 Всесоюзной конференции молодых ученых, посвященная памяти Б.Г. Скрамтаева. – М.: Стройиздат, 1975. – С. 2-4.

25. **Агошков, М.И.** Влияние закладки выработанного пространства на несущую способность целика [Текст] / М.И. Агошков, А.Л. Требуков // Научные сообщения ИГД им. А.А. Скочинского. – 1963. – Т. XVIII. – С. 104-112.

26. **Боженков, П.И.** Промышленные испытания закладочных твердеющих смесей на шламоангидритовом вяжущем [Текст] / П.И. Боженков, А.И. Кудяков, А.И. Мохов, Д.А. Упорова // Строительные материалы из попутных продуктов промышленности. Межвузовский сборник трудов №1 (118). – Ленинград, 1976. – С. 56-61.

27. **Куликов, В.В.** Применение твердеющей закладки при разработке рудных месторождений [Текст] / В.В. Куликов, В.П. Кравченко. – М.: Недра, 1974. – 200 с.

28. **Бронников, Д.М.** Основы технологии подземной разработки рудных месторождений с закладкой [Текст] / Д.М. Бронников, Н.Ф. Замесов, Г.С. Кириченко. – М.: Наука, 1973. – 200 с.

29. **Требуков, А.Л.** Внедрение новой технологии разработки месторождения цветных металлов с применением твердеющей закладки [Текст] / А.Л. Требуков. – М.: ЦИИНцветмет, 1968. – 42 с.

30. **Цыгалов, М.Н.** Разработка месторождений полезных ископаемых с монолитной закладкой [Текст] / М.Н. Цыгалов, П.Э. Зурков. – М.: Недра, 1970. – 176 с.

31. **Oparin, V.N.** Interaction of geomechanical and physicochemical processes in Kuzbass coal [Text] / V.N. Oparin, T.A. Kiryaeva, V.Yu. Gavrilov, R.A. Shutilov, A.P. Kovchavtsev, A.S. Tanaino, V.P. Efimov, I.E. Astrakhantsev, I.V. Grenev // Journal of Mining Science. – 2014. – Vol. 50. – P. 191-214.

32. **Naziemiec, Z.** Problems of sampling and sizing of mineral aggregate samples [Text] / Z. Naziemiec, D. Saramak // Mining Science. – 2013. – Vol. 136 (43). – P. 157-167.

33. **Кудяков, А.И.** Закладочные твердеющие смеси на нефелиновых вяжущих [Текст]: автореферат дис. ... к.т.н.: 05.23.05 / Кудяков Александр Сергеевич. – Ленинград, 1975 – 25 с.

34. **Кузьменко, О.М.** Твердіюче закладення при відпрацюванні рудних крутих покладів у складних гірничо-геологічних умовах: монографія [Текст] / О.М. Кузьменко, М.В. Петльований, В.Ю. Усатий. – Днепропетровск: НГУ, 2015. – 139 с.

35. **Отчет НИР (заключ.).** Исследование напряженно-деформированного состояния (устойчивости и прочности) сформированного закладочного массива [Текст] / БГТУ им. В.Г. Шухова; нач. УНИР А.Е. Наумов; рук. А.С. Черныш [и др.]. – Белгород, 2018. – 92 с. – Инв. № 1256.

36. Ведение закладочных работ в условиях рудника подземного: регламент технологического производственного процесса (ООО «Корпанга», Яковлевский ГОК) / ООО «СПб-Гипрошахт», «ООО «Металл-груп»; гл. технолог А.П. Овчухов, зав. лаб. ПовУЗР И.Л. Жоглик [и др.]. – п. Яковлево, 2019. – 46 с. – ЯГОК № 637.00.000 ПЗ.

37. **Аношин, Г.Г.** Совершенствование технологии добычи руды системами с закладкой на руднике «Северный» [Текст] / Г.Г. Аношин, В.В. Степин // Горный журнал. – 1985. – № 2. – С. 28-29.
38. **Кудяков, А.И.** О классификации закладочных твердеющих смесей [Текст] / А.И. Кудяков, С.А. Студзинский // Физико-технические проблемы полезных ископаемых. Академия Наук. Сибирское отделение. – 1980. – №4. – С. 106-108.
39. **Henley, S.** New guidelines for international reporting of Russian mineral resources and reserves [Text] / S. Henley // Cim Magazine / Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum. – 2010. – Vol. 5. – P. 58-59.
40. **Belagraa, L.** Performance study of low environmental impact mortars based on mineral additions and cement resistant to sulfate (CRS) [Text] / L. Belagraa, A. Bouzid // Mining Science. – 2016. – Vol. 23. – P. 65-76.
41. Institution of Mining and Metallurgy [Text] / American Institute of Mining Engineers, Metallurgical and Petroleum Engineers. – 1967. – Vol. 240 – 324 p.
42. **Ptak, M.** New solutions of mining waste management [Text] / M. Ptak, Z. Kasztelewicz // Mining Science. – 2013. – Vol. 136 (46). – P. 185-194.
43. **German, V. I.** Rock failure prediction in mines by seismic monitoring data [Text] / V. I. German // Journal of Mining Science. – 2014. – Vol. 50. – P. 288-297.
44. **Волков, Ю.В.** Применение систем разработки с закладкой на медноколчеданных рудниках Урала [Текст] / Ю.В. Волков, В.Ф Булатов, И.В. Брезгулевский // Горный журнал. – 1977. – № 5. – С. 30-32.
45. **Ляшенко, В.И.** Научно-технические основы повышения безопасности жизнедеятельности в уранодобывающем регионе [Текст] / В.И. Ляшенко, В.З. Дятчин, Ю.Н. Тархин // Науковий вісник НГУ. – 2010. – № 2. – С. 7-14.
46. Canadian Mining Journal [Text] / Don Mills, Ont., Southam Business Communications. – 1970. – Vol. 91. – 54 p.
47. Canadian Mining and Metallurgical Bulletin [Text] / Canadian Institute of Mining and Metallurgy. – 1970. – Vol. 63. – 308 p.

48. CIM Bulletin [Text] / Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum. – 1970. – 1001 p.
49. **Johns, R.W.** The Athabasca sandstone and uranium deposits [Text] / R.W. Johns // West Miner. – 1970. – Vol. 43. – P. 94-100.
50. **Sinha, K.M.** Hydraulic Stowing - A Solution For Subsidence Due To Underground Mining In The Usa [Text] / K.M. Sinha // The 30th U.S. Symposium on Rock Mechanics (USRMS), 19-22 June, Morgantown, West Virginia / American Rock Mechanics Association. – 1989. – P. 5-13.
51. **Mirenkov, V.E.** Relationship between Mine Working Cross Section and Damaged Rock Zone [Text] / V.E. Mirenkov // Journal of Mining Science. – 2018. – Vol. 54. – P. 23-33.
52. **Lesovik, R.V.** Fine-grain concrete from mining waste for monolithic construction [Text] / R.V. Lesovik, M.S. Ageeva, G.A. Lesovik, D.M. Sopin, O.V. Kazlitina, A.A. Mitrokhin // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 327. – P. 032028.
53. **Ageeva, M.S.** The modified composite slag-cement binder [Text] / M.S. Ageeva, D.M. Sopin, G.A. Lesovik, A.A. Metrohin, N.V. Kalashnikov, V.A. Bogusevich // ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences. – 2014. – Vol. 9. № 8. – P. 1381-1385.
54. **Ageeva, M.S.** The efficient composite building materials of the iron and steel industry [Text] / M.S. Ageeva, R.V. Lesovik, V.T. Erofeev, D.M. Sopin, G.A. Lesovik // 19-te Internationale baustofftagung ibausil. – 2015. – С. 1433-1435.
55. **Адеева, Л.Н.** Зола ТЭЦ – перспективное сырье для промышленности [Текст] / Л.Н. Адеева, В.Ф. Борбат // Вестник Омского университета. – 2009. – № 2. – С. 141-151.
56. **Лесовик, В.С.** Гранулированные шлаки в производстве композиционных вяжущих [Текст] / В.С. Лесовик, М.С. Агеева, А.В. Иванов // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. – 2011. – № 3. – С. 29-32.
57. **Пат. № 2 462 598 РФ, МПК (E21F 15/00 (2006.01)).** Состав закладочной смеси [Текст] / А.В. Угляница, А.В. Исаенко, Т.В. Хмеленко, Л.Н. Гладких; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Кузбасский государственный

технический университет имени Т.Ф. Горбачева" (КузГТУ). – № заявки 2011116360/03; заявл. 25.04.2011; опуб. 27.09.2012. Бюл. № 27.

58. Пат. № 2 490 472 РФ, МПК (E21F 15/00 (2006.01)). Состав закладочной смеси и способ ее изготовления [Текст] / М.В. Рыльникова, И.А. Абдрахманов, Д.Р. Каплунов, Д.Н. Радченко; заявитель и патентообладатель Открытое акционерное общество «Учалинский горно-обогатительный комбинат». – № заявки 2012107628/03; заявл. 29.02.2012; опуб. 20.08.2013. Бюл. № 23.

59. **Коровкин, М.О.** Влияние доломитовой муки на свойства растворной составляющей бетона [Электронный ресурс] / М.О. Коровкин, А.И. Шестернин, Н.А. Ерощкина // Современные научные исследования и инновации. – 2014. – № 12. – URL: <http://web.snauka.ru/issues/2014/12/42050>.

60. **Загороднюк, Л.Х.** Специфика твердения строительных растворов на основе сухих смесей [Текст] / Л.Х. Загороднюк, В.С. Лесовик, Р. Гайнутдинов // Вестник Центрального регионального отделения Российской академии архитектуры и строительных наук – Белгород: Изд-во БГТУ им. В.Г. Шухова, 2014. – С. 93-98.

61. **Zeqiri, R.R.** Analysis of Safety Factor of Security Plates in the Mine "Trepça" Stantërg [Text] / R.R. Zeqiri, H. Riheb, Z. Karim, G. Younes, B. Rania, M. Aniss // Mining Science. – 2019. – Vol. 26. – P. 21-36.

62. **Ammar, N.** The Effect of Limestone fineness on ternary cement Fresh-state and Early-Age Properties [Text] / N. Ammar, L. Zeghichi // Mining Science. – 2017. – Vol. 24. – P. 195-208.

63. **Belagraa, L.** Experimental Investigation on the Effect of Marble powder on the performance of Selt-Compacting Concrete (SCC) [Text] / L. Belagraa, N.S. Djebri, Z.E. Rahmouni // Mining Science. – 2017. – Vol. 24. – P. 183-194.

64. **Adushkin, V.V.** Monitoring Potentially Hazardous Areas at Korobkovo Deposit of the Kursk Magnetic Anomaly [Text] / V.V. Adushkin, S.B. Kishkina, V.I. Kulikov, D.N. Pavlov, V.N. Anisimov, N.V. Saltykov, S.V. Sergeev, V.G. Spungin // Journal of Mining Science. – 2018. – Vol. 53. – P. 605-613.

65. **Jennings, H.M.** On the Hydration of Portland Cement [Text] / H.M. Jennings, P.L. Pratt // Proceedings of the British Ceramic Society. – 1979. – № 28. – P. 179–193.

66. **Bakhtavar, E.** Transition from open-pit to underground in the case of Chah-Gaz iron ore combined mining [Text] / E. Bakhtavar // Journal of Mining Science. – 2013. – Vol. 49. – P. 955-966.

67. **Матвиевский, А.А.** Композиционные строительные материалы на основе активированной воды затворения : автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.23.05 [Текст] / Матвиевский Александр Анатольевич. – Пенза, 2008. – 23 с.

68. **Гладков, Д.И.** Физико-химические основы прочности бетона и роль технологии в её обеспечении [Текст] / Д.И. Гладков. – М.: Изд-во АСВ, 1998. – 136 с.

69. **Пат. № 2 513 897 РФ, МПК (51) МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 18/00 (2006.01).** Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович, О.В. Ермолович, К.А. Измestьев, И.А. Шок; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный национальный исследовательский университет" (НИУ "БелГУ"). – № заявки 2012150237/03; заявл. 23.11.2012; опуб. 20.04.2014. Бюл. № 11.

70. **Пат. № 2 456 456 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 28/08 (2006.01).** Твердеющая закладочная смесь [Текст] / Е.А. Ермолович, О.В. Ермолович, А.В. Ермолович, С.Б. Кетов, А.А. Филимонов; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный национальный исследовательский университет" (НИУ "БелГУ"). – № заявки 2011121908/03; заявл. 31.05.2011; опуб. 20.07.2012. Бюл. № 20.

71. **Пат. № 2 455 493 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 28/08 (2006.01).** Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович, О.В. Ермолович, А.В. Ермолович, К.А. Измestьев, А.А. Филимонов; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный национальный исследовательский университет" (НИУ "БелГУ"). – № заявки 2011121907/03; заявл. 31.05.2011; опуб. 10.07.2012. Бюл. № 19.

72. **Пат. № 2 445 464 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 28/08 (2006.01). C04B 111/20 (2006.01).** Закладочная смесь [Текст] / Е.А. Ермолович, О.В. Ермолович, А.В. Ермолович; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Бел-

городский государственный национальный исследовательский университет" (НИУ "БелГУ"). – № заявки 2010138006/03; заявл. 13.09.2010; опуб. 20.03.2012. Бюл. № 8.

73. Пат. № 2 433 274 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 28/08 (2006.01). C04B 111/20 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный университет". – № заявки 2010136747/03; заявл. 01.09.2010; опуб. 10.11.2011. Бюл. № 31.

74. Пат. № 2 430 238 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). C04B 28/08 (2006.01). C04B 111/20 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный университет". – № заявки 2010116594/03; заявл. 27.04.2010; опуб. 27.09.2011. Бюл. № 27.

75. Пат. № 2 425 980 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович, И.А. Шок; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный университет". – № заявки 2010108664/03; заявл. 09.03.2010; опуб. 10.08.2011. Бюл. № 22.

76. Пат. № 2 396 435 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович, С.В. Сергеев; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный университет". – № заявки 2009126610/03; заявл. 13.07.2009; опуб. 10.08.2010. Бюл. № 22.

77. Salah, B.M. Characterization of the Reactivity of Mineral additions by different Microstructural and mechanical approaches [Text] / B.M. Salah, N. Abdelghani, B. Mohamed // Mining Science. – 2018. – Vol. 25. – P. 143-160.

78. Volodchenko, A.A. Influence of The Inorganic Modifier Structure On Structural Composite Properties [Text] / A.A. Volodchenko, V.S. Lesovik, L.H. Zagorodnjuk, A.N. Volodchenko, E.O. Prasolova // International Journal of Applied Engineering Research. – 2015. – Vol. 10. – P. 40617-40622.

79. Пат. № 2 535 854 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / В.И. Голик, С.А. Масленников, А.Н. Петин, В.И. Комащенко; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный национальный исследовательский университет" (НИУ "БелГУ"). – № заявки 2013145368/03; заявл. 10.10.2013; опуб. 20.12.2014. Бюл. № 35.

80. Пат. № 2 563 902 РФ, МПК C04B 18/14 (2006.01) E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / А.В. Угляница, Т.В. Хмеленко, К.Д. Солонин; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева" (КузГТУ). – № заявки 2014137740/03; заявл. 17.09.2014; опуб. 27.09.2015. Бюл. № 27. – 8 с.

81. Пат. № 2 186 989 РФ, МПК E21F 15/00 (2000.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Л.К. Чучалин Л.К., В.Г. Моисеев, Ф.П. Дергалина, С.Г. Комзаракова, В.К. Кульсартов; заявитель и патентообладатель Чучалин Лев Климентьевич (RU). – № заявки 2001100884/03; заявл. 09.01.2001; опуб. 10.08.2002. Бюл. № 22. – 5 с.

82. Пат. № 2 270 921 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Закладочная смесь [Текст] / В.Н. Калмыков, И.С. Белобородов, В.В. Григорьев, А.В. Сараскин; заявитель и патентообладатель Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова. – № заявки 2004123713/03; заявл. 02.08.2004; опуб. 27.02.2006. Бюл. № 6. – 4 с.

83. Пат. № 2 282 724 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Закладочная смесь [Текст] / В.Н. Калмыков, И.С. Белобородов, В.В. Григорьев, А.В. Сараскин, А.Н. Монтянова; заявитель и патентообладатель Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова. – № заявки 2005110766/03; заявл. 13.04.2005; опуб. 27.08.2006. Бюл. № 24. – 4 с.

84. Пат. № 2 302 531 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Л.В. Кухаренко, Н.В. Личман, Н.Н. Плеханова, Я.В. Личман; заявитель и патентообладатель Норильский индустриальный институт. – № заявки 2005120480/03; заявл. 30.06.2005; опуб. 10.07.2007. Бюл. № 19. – 3 с.

85. Пат. № 2 455 494 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Закладочная смесь [Текст] / Т.В. Хмеленко, А.В. Угляница, А.В. Исаенко, Л.Н. Гладких; заявитель и патентообладатель ФГБОУВПО «Кузбасский государственный технический университет им. Т.Ф. Горбачева». – № заявки 2011100527/03; заявл. 11.01.2011; опуб. 10.07.2012. Бюл. № 19. – 5 с.

86. Пат. № 2 327 874 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси и способ ее изготовления [Текст] / М.В. Рыльникова, Д.Н. Радченко, И.А. Абдрахманов, А.Ф. Илимбетов, А.В. Сараскин, А.В. Красавин; заявитель и патентообладатель Открытое акционерное общество «Учалинский горно-обогатительный комбинат». – № заявки 2006133981/03; заявл. 25.09.2006; опуб. 27.06.2008. Бюл. № 18. – 4 с.

87. Пат. № 2 348 814 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.В. Корнеева, С.И. Павленко; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский государственный индустриальный университет». – № заявки 2007133023/03; заявл. 03.09.2007; опуб. 10.03.2009. Бюл. № 7. – 3 с.

88. Пат. № 2 431 044 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Е.А. Ермолович; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный университет". – № заявки 2010110709/03; заявл. 23.03.2010; опуб. 10.10.2011. Бюл. № 28. – 6 с.

89. Пат. № 2 422 640 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Р.В. Лесовик, Г.А. Лесовик, В.В. Строкова, Е.Н. Авилова, А.Н. Ластовецкий; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова". – № заявки 2009146778/03; заявл. 16.12.2009; опуб. 27.06.2011. Бюл. № 18. – 4 с.

90. Пат. № 2 103 517 РФ, МПК E21F 15/00 (1995.01). Способ приготовления закладочной смеси [Текст] / А.Н. Монтянова, А.А. Козеев, Л.В. Голенчук, А.П. Филатов, С.Н. Монтянов; заявитель и патентообладатель Якутский научно-исследовательский и проектный институт алмазодобывающей промышленности "Акционерной компании

"Алмазы России - Саха". – № заявки 95111021/03; заявл. 25.04.1988; опуб. 27.06.2000. Бюл. № 18. – 3 с.

91. Пат. № 2 186 222 РФ, МПК E21F 15/00 (2000.01). Состав закладочной смеси [Текст] / Л.К. Чучалин, В.Г. Моисеев, В.К. Кульсартов, Э.Г. Штойк, Ф.П. Дергалина, Л.Г. Якушева; заявитель и патентообладатель Чучалин Лев Климентьевич (RU). – № заявки 2000107674/03; заявл. 28.03.2000; опуб. 27.07.2002. Бюл. № 21. – 5 с.

92. Пат. № 2 278 273 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Способ воздействия закладочного массива из твердеющих бесклинкерных смесей [Текст] / А.Н. Монтянова; заявитель и патентообладатель Акционерное общество «АЛРОСА». – № заявки 2004132412/03; заявл. 05.11.2004; опуб. 20.06.2006. Бюл. № 17. – 18 с.

93. Пат. № 2 386 035 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Закладочная смесь [Текст] / М.М. Хайрутдинов, А.Н. Чистяков, М.В. Вотяков; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Московский государственный горный университет». – № заявки 2008146421/03; заявл. 25.11.2008; опуб. 10.04.2010. Бюл. № 10. – 3 с.

94. Пат. № 2 396 434 РФ, МПК E21F 15/00 (2006.01). Закладочная смесь [Текст] / Ю.А. Дойников, А.Н. Монтянова, А.И. Ефимов, С.Н. Мазалов, А.С. Монтянов; заявитель и патентообладатель ЗАО «Алроса». – № заявки 2009108856/03; заявл. 10.03.2009; опуб. 10.08.2010. Бюл. № 22. – 11 с.

95. Молдабаева, Г.Ж. Смеси для закладки выработанного пространства рудников [Текст] / Г.Ж. Молдабаева, А.Е. Воробьев // Материалы II Междунар. науч.-практ. конф. молодых ученых. «ПОЛИТЕРА»; отв. ред. А.Н. Петин. – 2011. – С. 152-155.

96. Молдабаева, Г.Ж. Закладка выработанного пространства рудников [Текст] / Г.Ж. Молдабаева, А.Е. Воробьев // Материалы II Междунар. науч.-практ. конф. молодых ученых. «ПОЛИТЕРА»; отв. ред. А.Н. Петин. – 2011. – С. 147-151.

97. Баженов, Ю.М. Технология бетона: учебник [Текст] / Ю.М. Баженов; 3-е изд. – М.: Изд-во АСВ, 2003. – 500 с.

98. Lesovik, V.S. Structure-formation of contact layers of composite materials [Text] / V.S. Lesovik, L.H. Zagorodnuk, M.M. Tolmacheva, A.A. Smolikov, A.Y. Shekina, M.H.I. Shakarna // Life Science Journal. – 2014. – Vol. 11. – P. 948–953.

99. **Zagorodnuk, L.H.** Creating Effective Insulation Solutions, Taking into Account the Law of Affinity Structures in Construction Materials [Text] / V.S. Lesovik, A.V. Shkarin, D.A. Belikov, A.A. Kuprina // World Applied Sciences Journal. – 2013. – Vol. 24. – P. 1496–1502.

100. **Uskov, V.A.** Economic Expediency of Copper Ore Mining with Waste Rock Fill of Secondary Stopes in the West Wing of the Oktyabrsky Deposit [Text] / V.A. Uskov, S.A. Kondrat'ev, S.A. Neverov // Journal of Mining Science. – 2017. – Vol. 53. – P. 1090-1095.

101. **ГОСТ 31108-2020.** Цементы общестроительные. Технические условия [Текст]; дата введения 03.09.2020. – М.: Стандартинформ, 2020. – 16 с.

102. **ГОСТ 310.1-76.** Цементы. Методы испытаний. Общие положения [Текст]; дата введения 01.01.1978. – М.: ИПК изд. стандартов, 2015. – 3 с.

103. **ГОСТ 310.2-76.** Цементы. Методы определения тонкости помола [Текст]; дата введения 01.01.1978. – М.: ИПК изд. стандартов, 2003. – 5 с.

104. **ГОСТ 310.3-76.** Цементы. Методы определения нормальной густоты, сроков схватывания и равномерности изменения объема [Текст]; дата введения 01.01.1978. – М.: ИПК изд. стандартов, 2003. – 11 с.

105. **ГОСТ 310.4-81.** Цементы. Методы определения предела прочности при изгибе и сжатии [Текст]; дата введения 07.01.1983. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 22 с.

106. **ГОСТ 8736-2014.** Песок для строительных работ. Технические условия [Текст]; дата введения 04.01.2014. – М.: Стандартинформ, 2019. – 13 с.

107. **ГОСТ 3476-2019.** Шлаки доменные и электротермофосфорные гранулированные для производства цементов [Текст]; дата введения 11.22.2019. – М.: Стандартинформ, 2019. – 8 с.

108. **ГОСТ 23732-2011.** Вода для бетонов и строительных растворов. Технические условия [Текст]; дата введения 10.01.2012. – М.: Стандартинформ, 2019. – 16 с.

109. **ГОСТ 30744-2001.** Цементы. Методы испытаний с использованием полифракционного песка [Текст]; дата введения 01.03.2002. – М.: ГУП ЦПП, 2001. – 30 с.

110. **Жерновский, И.В.** Применение полнопрофильного метода в рентгенофазовом исследовании цементного клинкера [Текст] / И.В. Жерновский, А.Н. Хархардин, В.В. Строкова // Известия вузов. Строительство. – 2007. – № 11. – С. 94-97.

111. **Зевни, Д.С.** Рентгеновские методы исследования строительных материалов [Текст] / Д.С. Зевни, Д.М. Хейкер. – М.: Стройиздат, 1965. – 362 с.
112. **Михеев, В.И.** Рентгенометрический определитель минералов. Т. 2. [Текст] / В.И. Михеев, Э.П. Сальдау. – Л.: Недра, 1965. – 363 с.
113. Ресурсный центр: развитие молекулярных и клеточных технологий: сайт. – Санкт-Петербург, 2022. URL: http://biomed.spbu.ru/equipment/list/tescan_mira3_lmu.php.
114. **Пат. № 2 413 577 РФ, МПК В02С 19/16 (2006.01), В02С 17/14 (2006.01).** Вибрационная шаровая мельница [Текст] / Н.З. Дубкова, З.К. Галиакберов, Э.Х. Тухбиева, А.Н. Николаев, В.Ф. Шарафутдинов; заявитель и патентообладатель: Дубкова Н.З. – № заявки 2009140558/21; заявл. 02.11.2009; опуб. 10.03.2011. Бюл. № 7. – 6 с.
115. Пенобетон, оборудование для производства пенобетона – ООО «Эко-стройматериалы». – Белгород, 2022. URL: <https://www.penostroy.ru>.
116. **Пат. № 2 048 920 РФ, МПК В02С 19/06 (1995.01).** Струйно-вихревая мельница [Текст] / А.Н. Лукьянченко, П.В. Сидоров; заявитель и патентообладатель Акционерное общество "Геркулес". – № заявки 94003878/33; заявл. 08.02.1994; опуб. 27.11.1995. – 5 с.
117. **Пат. № 177 835 РФ, МПК В02С 17/18 (2006.01).** Роторная шаровая мельница с принудительным охлаждением [Текст] / А.В. Свинарёв, Ю.С. Агаркова; заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью "СТРОЙТЕХНОЛОГИЯ". – № заявки 2017129742; заявл. 22.08.2017; опуб. 14.03.2018. Бюл. № 8. – 8 с.
118. **ГОСТ 12730.1-2020.** Бетоны. Методы определения плотности [Текст]; дата введения 11.30.2020. – М.: Стандартиформ, 2021. – 13 с.
119. **ГОСТ 9758-2012.** Заполнители пористые неорганические для строительных работ. Методы испытаний [Текст]; дата введения 11.01.2013. – М.: Стандартиформ, 2014. – 68 с.
120. **ГОСТ 10181-2014.** Смеси бетонные. Методы испытаний [Текст]; дата введения 07.01.2015. – М.: Стандартиформ, 2019. – 25 с.
121. Методические рекомендации. Методические рекомендации по контролю качества закладочных смесей. – М., 2009. URL: <https://files.stroyinf.ru/Index1/53/53632.htm>.

122. **ГОСТ 10180-2012.** Бетоны. Методы определения прочности по контрольным образцам [Текст]; дата введения 07.01.201. – М.: Стандартинформ, 2018. – 36 с.

123. **Королёв, А.Л.** Компьютерное моделирование [Текст] / А.Л. Королёв. – М.: БИНМ.ЛЗ, 2013. – 230 с.

124. Методические указания по применению метода математического планирования эксперимента и ЭВМ при решении задач по технологии бетонных и железобетонных изделий. – Белгород: БТИСМ, 1985. – 41 с.

125. **Benali, M.** Effect of operating conditions and physico–chemical properties on the wet granulation kinetics in high shear mixer [Text] / M. Benali, V. Gerbaud, M. Hemati // Powder Technology. – 2009. – Vol. 1-2 (190). – P. 160-169.

126. **Chitu, T.M.** Wet granulation in laboratory scale high shear mixers: Effect of binder properties [Text] / T.M. Chitu, D. Oulahna, M. Hemati // Powder Technology. – 2011. – Vol. 1-2 (206). – P. 25-33.

127. **Colangelo, F.** Recycling of MSWI fly ash by means of cementitious double step cold bonding pelletization: Technological assessment for the production of lightweight artificial aggregates [Text] / F. Colangelo, F. Messina, R. Cioffi // Journal of Hazardous Materials. – 2015. – Vol. 299. – P. 181-191.

128. **El Hagrasy, A. S.** Granulation rate processes in the kneading elements of a twin screw granulator [Text] / A.S. El Hagrasy, J.D. Litster // AIChE Journal. – 2013. – Vol. 11 (59). – P. 4100-4115.

129. **Gesoğlu, M.** Properties of lightweight aggregates produced with cold-bonding pelletization of fly ash and ground granulated blast furnace slag [Text] / M. Gesoğlu, E. Güneyisi, Öz H. Ö // Materials and Structures. – 2012. – Vol. 10 (45). – P. 1535-1546.

130. **Han, J.K.** Comprehensive Study of Intermediate and Critical Quality Attributes for Process Control of High-Shear Wet Granulation Using Multivariate Analysis and the Quality by Design Approach [Text] / J.K. Han, B.S. Shin, D.H. Choi // Pharmaceutics. – 2019. – Vol. 6 (11). – P. 252.

131. **Hapgood, K. P.** Nucleation regime map for liquid bound granules / K.P. Hapgood, J.D. Litster, R. Smith // AIChE Journal. – 2003. – Vol. 2 (49). – P. 350-361.

132. **Kumar, A.** Experimental investigation of granule size and shape dynamics in twin-screw granulation [Text] / A. Kumar // International Journal of Pharmaceutics. – 2014. – Vol. 1–2 (475). – P. 485-495.

133. **Kumar, A.** Linking granulation performance with residence time and granulation liquid distributions in twin-screw granulation: An experimental investigation [Text] / A. Kumar // European Journal of Pharmaceutical Sciences. – 2016. – Vol. 90. – P. 25-37.

134. **Kurpinska, M.** Predicting Performance of Lightweight Concrete with Granulated Expanded Glass and Ash Aggregate by Means of Using Artificial Neural Networks [Text] / M. Kurpinska, L. Kułak // Materials. – 2019. – Vol. 12 (12). – P. 2002.

135. **Macho, O.** Systematic Study of the Effects of High Shear Granulation Parameters on Process Yield, Granule Size, and Shape by Dynamic Image Analysis [Text] / O. Macho // Pharmaceutics. – 2021. – Vol. 11 (13). – P. 1894.

136. **Ozga, M.** The Use of Granulation to Reduce Dusting and Manage of Fine Coal [Text] / M. Ozga, G. Borowski // Journal of Ecological Engineering. – 2018. – Vol. 3 (19). – P. 218-224.

137. **Peys, A.** Transformation of mine tailings into cement-bound aggregates for use in concrete by granulation in a high intensity mixer [Text] / A. Peys // Journal of Cleaner Production. – 2022. – Vol. 366. – P. 132989.

138. **Senani, M.** Substitution of the natural sand by crystallized slag of blast furnace in the composition of concrete [Text] / M. Senani, N. Ferhoune, A. Guettala // Alexandria Engineering Journal. – 2018. – Vol. 2 (57). – P. 851-857.

139. **Zagorodnyuk, L.H.** Construction and analysis of mathematical models of granular aggregates [Text] / L.H. Zagorodnyuk, V.D. Ryzhikh, G.A. Syitov, D.A. Sumskey // AIP Conference Proceedings. – 2023. – Vol. 2758. – 020001. DOI: 10.1063/5.0130752.

140. **Рыжих, В.Д.** Построение и анализ математических моделей для гранулированных заполнителей [Текст] / В.Д. Рыжих, А.С. Григоров, Г.А. Сытов // Международная научно-техническая конференция молодых ученых БГТУ им. В.Г. Шухов. – Белгород: Изд-во БГТУ им. В.Г. Шухова. – 2021. – С. 3282-3291.

141. **Загороднюк, Л.Х.** Особенности формирования микроструктуры гранулированных заполнителей на разных вяжущих композициях [Текст] / Л.Х. Загороднюк,

В.Д. Рьжих, Д.А. Сумской, Д.А. Синебок // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2021. – № 5. – С. 28-35.

142. **Загороднюк, Л.Х.** Особенности формирования микроструктуры гранулированных заполнителей на разных вяжущих композициях (часть 2) [Текст] / Л.Х. Загороднюк, В.Д. Рьжих, Д.С. Махортов, Д.А. Синебок // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2021. – № 8. – С. 17-25.

143. **Загороднюк, Л.Х.** Особенности формирования микроструктуры гранулированных заполнителей на разных вяжущих композициях (часть 3) [Текст] / Л.Х. Загороднюк, В.Д. Рьжих, Д.С. Махортов, Д.А. Синебок // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2021. – № 9. – С. 20-27.

144. **Lesovik, V.S.** Granular Aggregates Based on Finely Dispersed Substandard Raw Materials [Text] / V.S. Lesovik, L.H. Zagorodnyuk, V.D. Ryzhikh, R.V. Lesovik // Crystals. – 2021. – Vol. 4 (11). – P. 369.

145. **Zagorodnyuk, L.H.** Method of Extrusion Granulation of Aggregates for the Preparation of Filling Mixtures Lecture Notes in Civil Engineering [Text] / L.H. Zagorodnyuk, V.D. Ryzhikh, D.S. Makhortov, D.A. Sumskey // Lecture Notes in Civil Engineering. – 2021. – P. 22-28.

146. **Бутт, Ю.М.** Химическая технология вяжущих материалов: учебник для вузов по специальности «Химическая технология вяжущих материалов» [Текст] / Ю.М. Бутт, М.М. Сычев, В.В. Тимашев; ред. В.В. Тимашев. – М.: Высшая школа, 1980. – 471 с.

147. **Qing, Y.** Effect of MgO and gypsum content on long-term expansion of low heat Portland slag cement with slight expansion [Text] / Y. Qing, C. Huxing, W. Yuqing, W. Shangxian, L. Zonghan // Cement and Concrete Composites. – 2004. – Vol. 4 (26). – P. 331-337.

148. **Ayim-Mensah, G.** Influence of Ground Granulated Blast Furnace Slag on the compressive strength and ductility of Ultra High-performance fibre reinforced cementitious composites [Text] / G. Ayim-Mensah, M. Radosavljevic // Cement. – 2022. – Vol. (8). – P. 100030.

149. **Borges Marinho, A.L.** Ladle Furnace Slag as Binder for Cement-Based Composites [Text] / A.L. Borges Marinho, C. Mol Santos, J.M. Carvalho // Journal of Materials in Civil Engineering. – 2017. – Vol. 11 (29). – P. 04017207.

150. **Coppola, L.** Binders alternative to Portland cement and waste management for sustainable construction – part 1 [Text] / T. Bellezze, M.C. Bignozzi, F. Bolzoni // Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials. – 2018. – Vol. 3 (16). – P. 186-202.

151. **Gijbels, K.** Alkali-activated binders based on ground granulated blast furnace slag and phosphogypsum [Text] / K. Gijbels, R.I. Iacobescu, Y. Pontikes, W. Schroeyers // Construction and Building Materials. – 2019. – Vol. 215. – P. 371-380.

152. **Hadji, T.** Mix design of high performance concrete with different mineral additions [Text] / T. Hadji, S. Guettala, M. Quéneudec // World Journal of Engineering. – 2021. – Vol. 5 (18). – P. 767-779.

153. **Ibáñez-Gosálvez, J.** Microstructure, Durability and Mechanical Properties of Mortars Prepared Using Ternary Binders with Addition of Slag, Fly Ash and Limestone [Text] / J. Ibáñez-Gosálvez, T. Real-Herraiz, J.M. Ortega // Applied Sciences. – 2021. – Vol. 14 (11). – P. 6388.

154. **Ismail, I.** Modification of phase evolution in alkali-activated blast furnace slag by the incorporation of fly ash [Text] / I. Ismail, S.A. Bernal, J.L. Provis, R. San Nicolas, S. Hamdan // Cement and Concrete Composites. – 2014. – Vol. 45. – P. 125-135.

155. **Kim, M.S.** Use of CaO as an activator for producing a price-competitive non-cement structural binder using ground granulated blast furnace slag [Text] / M.S. Kim, Y. Jun, C. Lee, J.E. Oh // Cement and Concrete Research. – 2013. – Vol. 54. – P. 208-214.

156. **Kumar, S.** Mechanical activation of granulated blast furnace slag and its effect on the properties and structure of portland slag cement [Text] / S. Kumar, R. Kumar, A. Bandopadhyay, T.C. Alex, B. Ravi Kumar, S.K. Das, S.P. Mehrotra // Cement and Concrete Composites. – 2008. – Vol. 8 (30). – P. 679-685.

157. **Li, H.** The influence of fiber orientation on bleeding of steel fiber reinforced cementitious composites [Text] / H. Li, R. Mu, L. Qing, H. Chen, Y. Ma // Cement and Concrete Composites. – 2018. – Vol. 92. – P. 125-134.

158. **Liu, Y.** Preparation of sustainable and green cement-based composite binders with high-volume steel slag powder and ultrafine blast furnace slag powder [Text] / Y. Liu, Z. Zhang, G. Hou, P. Yan // *Journal of Cleaner Production*. – 2021. – Vol. 289. – P. 125133.

159. **Ochkurov, V.I.** Comparative evaluation of the saving of binder WITH fine ground slag [Text] / V.I. Ochkurov, M. Yu. Vilenskii // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2019. – Vol. 1 (666). – P. 012026.

160. **Özbay, E.** Utilization and efficiency of ground granulated blast furnace slag on concrete properties – A review [Text] / E. Özbay, M. Erdemir, H.I. Durmuş // *Construction and Building Materials*. – 2016. – Vol. 105. – P. 423-434.

161. **Shi, C.** The hydration and microstructure of ultra high-strength concrete with cement–silica fume–slag binder [Text] / C. Shi, D. Wang, L. Wu, Z. Wu // *Cement and Concrete Composites*. – 2015. – Vol. 61. – P. 44-52.

162. **Sim, S.** Gypsum-Dependent Effect of NaCl on Strength Enhancement of CaO-Activated Slag Binders [Text] / S. Sim, H. Lee, D. Jeon, H. Song, W. Yum // *Applied Sciences*. – 2018. – Vol. 12 (8). – P. 2515.

163. **Zhao, H.** The properties of the self-compacting concrete with fly ash and ground granulated blast furnace slag mineral admixtures [Text] / H. Zhao, W. Sun, X. Wu, B. Gao // *Journal of Cleaner Production*. – 2015. – Vol. 95. – P. 66-74.

164. **Béket Dalcé, J.** Experimental Study of Uniaxial Compressive Strength (UCS) Distribution of Hydraulic Backfill Associated with Segregation [Text] / J. Béket Dalcé, L. Li, P. Yang // *Minerals*. – 2019. – Vol. 3 (9). – P. 147.

165. **Koohestani, B.** Experimental investigation of mechanical and microstructural properties of cemented paste backfill containing maple-wood filler [Text] / B. Koohestani, A. Koubaa, T. Belem, B. Bussière, H. Bouzahzah // *Construction and Building Materials*. – 2016. – Vol. 121. – P. 222-228.

166. **Rybak, J.** Creation of Backfill Materials Based on Industrial Waste [Text] / J. Rybak, C. Kongar-Syuryun, Yu. Tyulyaeva, A. Khayrutdinov // *Minerals*. – 2021. – Vol. 7 (11). – P. 739.

167. **Sharma, A.K.** Ground granulated blast furnace slag amended fly ash as an expansive soil stabilizer [Text] / A.K. Sharma, P.V. Sivapullaiah // *Soils and Foundations*. – 2016. – Vol. 2 (56). – P. 205-212.

168. **Zhang, J.** Effects of Superplasticizer on the Hydration, Consistency, and Strength Development of Cemented Paste Backfill [Text] / J. Zhang, H. Deng, A. Taheri, J. Deng, B. Ke // *Minerals*. – 2018. – Vol. 9 (8). – P. 381.

169. **Deng, X.** Time-dependent lateral pressure of the filling barricade for roadway cemented backfill mining technology [Text] / X. Deng, J. Zhang, B. Klein, B. de Wit, J. Zhang // *Mechanics of Time-Dependent Materials*. – 2020. – Vol. 1 (24). – P. 41-58.

170. **Khayrutdinov, M.M.** Proposal of an Algorithm for Choice of a Development System for Operational and Environmental Safety in Mining [Text] / M.M. Khayrutdinov, V.I. Golik, A.V. Aleksakhin, E.V. Trushina, N.V. Lazareva, Y.V. Aleksakhina // *Resources*. – 2022. – Vol. 10 (11). – P. 88.

171. **Zhang, J.** Properties and Application of Backfill Materials in Coal Mines in China [Text] / J. Zhang, M. Li, A. Taheri, W. Zhang, Z. Wu, W. Song // *Minerals*. – 2019. – Vol. 1 (9). – P. 53.

172. **Zagorodnyuk, L.H.** Backfilling for mines [Text] / L.H. Zagorodnyuk, A.S. Chernysh, V.S. Lesovik, A. Yu. Schekina, V.D. Ryzhikh, D.A. Sumskoy, D.A. Sinebok // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2020. – Vol. 952. – P. 012066.

173. **ГОСТ 5781-82.** Сталь горячекатаная для армирования железобетонных конструкций. Технические условия; дата введения 30.06.1983. – М.: Стандартинформ, 2005. – 12 с.

174. **ГОСТ 23279-2012.** Сетки арматурные сварные для железобетонных конструкций и изделий. Общие технические условия; дата введения 01.07.2013. – М.: Стандартинформ, 2019. – 8 с.

175. **Cao, S.** Evaluation of Viscosity, Strength and Microstructural Properties of Cemented Tailings Backfill [Text] / S. Cao, E. Yilmaz, W. Song // *Minerals*. – 2018. – Vol. 8 (8). – P. 352.

176. **Hou, C.** Analytical and Experimental Study of Cemented Backfill and Pillar Interactions [Text] / C. Hou, W. Zhu, B. Yan, K. Guan, L. Niu // International Journal of Geomechanics. – 2019. – Vol. 8 (19). – P. 04019080.

177. **Koohestani, B.** Experimental investigation into the compressive strength development of cemented paste backfill containing Nano-silica [Text] / B. Koohestani, T. Belem, A. Koubaa, B. Bussière // Cement and Concrete Composites. – 2016. – Vol. 72. – P. 180-189.

178. **Zhou, N.** Influential Factors in Transportation and Mechanical Properties of Aeolian Sand-Based Cemented Filling Material [Text] / N. Zhou, H. Ma, Sh. Ouyang, D. Germain, T. Hou // Minerals. – 2019. – Vol. 2 (9). – P. 116.

179. **Niroshan, N.** Laboratory Study on Strength Development in Cemented Paste Backfills [Text] / N. Niroshan, N. Sivakugan, R.L. Veenstra // Journal of Materials in Civil Engineering. – 2017. – Vol. 7 (29). – P. 04017027.

180. **Никольский, Б.П.** Справочник химика. Общие сведения. Строение вещества. Свойства важнейших веществ. Лабораторная техника [Текст]; под ред. Б.П. Никольского; 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1966. – 1072 с.

181. **Carlson, R.W.** Correlation of Methods for Measuring Heat of Hydration of Cement [Text] / R.W. Carlson, L.R. Forbrich // Industrial and Engineering Chemistry, Analytical Edition. – 1938. – Vol. 10 (7). – P. 382-386.

182. **Raymond, E.** Cement investigations of Boulder Dam with the results up to the age of one year [Text] / E. Raymond, R. Davis, W. Carlson, D.E. Troxell, J.W. Kelly // Proc. Am. Concrete Inst. – 1934. – Vol. 30. – P. 485-497.

183. **Verbeck, G.J.** Long-Time Study of Cement Performance in Concrete [Text] / G.J. Verbeck, C.W. Foster. Chapter 6. – Proc. Am. Soc. Test. Mater. – 1950. – Vol. 50.– P. 1235-1257.

184. **Ding, Y.** Basic mechanical properties of ultra-high ductility cementitious composites: From 40 MPa to 120 MPa [Text] / Y. Ding, J. Yu, K. Yu, S. Xu // Composite Structures. – 2018. – Vol. 185. – P. 634-645.

185. **Fantilli, A.P.** Synergy assessment in hybrid Ultra-High Performance Fiber-Reinforced Concrete (UHP-FRC) [Text] / A.P. Fantilli, S. Kwon, H. Mihashi, T. Nishiwaki // *Cement and Concrete Composites*. – 2018. – Vol. 86. – P. 19-29.
186. **Kahanji, C.** Structural performance of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete beams [Text] / C. Kahanji, F. Ali, A. Nadjai // *Structural Concrete*. – 2017. – Vol. 2 (18). – P. 249-258.
187. **Nguyen, H.** Strain hardening polypropylene fiber reinforced composite from hydrated ladle slag and gypsum [Text] / H. Nguyen, P. Kinnunen, V. Carvelli, M. Mastali, M. Illikainen // *Composites Part B: Engineering*. – 2019. – Vol. 158. – P. 328-338.
188. **Yi, X.W.** Compressive behaviour of fibre-reinforced cemented paste backfill [Text] / X.W. Yi, G.W. Ma, A. Fourie // *Geotextiles and Geomembranes*. – 2015. – Vol. 3 (43). – P. 207-215.
189. **Yoo, D.Y.** Effect of fiber length and placement method on flexural behavior, tension-softening curve, and fiber distribution characteristics of UHPFRC [Text] / D.Y. Yoo, S.T. Kang, Y.S. Yoon // *Construction and Building Materials*. – 2014. – Vol. 64. – P. 67-81.
190. **Bauer, E.** Study of the laboratory Vane test on mortars [Text] / E. Bauer, J.G.G. de Sousa, E.A. Guimarães, F.G. Silva // *Building and Environment*. – 2007. – Vol. 1 (42). – P. 86-92.
191. **Cao, H.** Research Progress and Development Direction of Filling Cementing Materials for Filling Mining in Iron Mines of China [Text] / H. Cao, Q. Gao, X. Zhang, B. Guo // *Gels*. – 2022. – Vol. 3 (8). – P. 192.
192. **Liddell, P. V.** Yield stress measurements with the vane [Text] / P.V. Liddell, D.V. Boger // *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. – 1996. – Vol. 2–3 (63). – P. 235-261.
193. **Lu, H.** A new procedure for recycling waste tailings as cemented paste backfill to underground stopes and open pits [Text] / H. Lu, C. Qi, Q. Chen, D. Gan, Z. Xue, Ya. Hu // *Journal of Cleaner Production*. – 2018. – Vol. 188. – P. 601-612.
194. **Rong, K.** Industrial Experiment of Goaf Filling Using the Filling Materials Based on Hemihydrate Phosphogypsum [Text] / K. Rong, W. Lan, H. Li // *Minerals*. – 2020. – Vol. 4 (10). – P. 324.

195. **Лесовик, Р.В.** Разработка составов закладочных смесей [Текст] / Р.В. Лесовик, М.С. Агеева, Г.Г. Богусевич, Д.М. Сопин // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2016. – № 12. – С. 31-34.
196. **Araújo, S.R. de.** Reverse logistics system applied to the reuse of iron ore tailings [Text] / S.R. de Araújo, L.F. Rodrigues, J.C. Mendes, R.A. Peixoto // Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy. – 2020. – Vol. 12 (38). – P. 1429-1437.
197. **Jiang, G.** The rheological behavior of paste prepared from hemihydrate phosphogypsum and tailing [Text] / G. Jiang, A. Wu, Y. Wang, J. Li // Construction and Building Materials. – 2019. – Vol. 229. – P. 116870.
198. **Orefice, L.** DEM study of granular transport in partially filled horizontal screw conveyors [Text] / L. Orefice, J.G. Khinast // Powder Technology. – 2017. – Vol. 305. – P. 347-356.
199. **Pezo, M.** Discrete element model of particle transport and premixing action in modified screw conveyors [Text] / M. Pezo, L. Pezo, A.P. Jovanović, A. Terzić, L. Andrić, B. Lončar, P. Kojić // Powder Technology. – 2018. – Vol. 336. – P. 255-264.
200. **Qi, C.** Pressure drop in pipe flow of cemented paste backfill: Experimental and modeling study [Text] / C. Qi, Q. Chen, A. Fourie, J. Zhao, Q. Zhang // Powder Technology. – 2018. – Vol. 333. – P. 9-18.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А. «Рабочая матрица» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм

Таблица А.1 – «Рабочая матрица» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм

№ состава	Состав смеси, %					Прочность, МПа
	Х1 - % вяжущего	Х2 - % песка	Х3 - % кварцевого песка в общей смеси, добавленная в вяжущее			
1	2,884	71,315	0,416	8,5	8,5	
2	2,884	71,315	0,847	9,3	9,3	
3	2,884	71,315	2,538	7,1	7,1	
4	2,884	71,315	3,7755	Нереализуем	Нереализуем	
5	2,884	71,91	0,416	8,4	8,4	
6	2,884	71,91	0,847	8,3	8,3	
7	2,884	71,91	2,538	6,4	6,4	
8	2,884	71,91	3,7755	Нереализуем	Нереализуем	
9	2,884	78,28	0,416	8,2	8,2	
10	2,884	78,28	0,847	14,9	14,9	
11	2,884	78,28	2,538	14,5	14,5	
12	2,884	78,28	3,7755	8,2	8,2	
13	2,884	79,04	0,416	10,0	10,0	
14	2,884	79,04	0,847	15,9	15,9	
15	2,884	79,04	2,538	10,0	10,0	
16	2,884	79,04	3,7755	Нереализуем	Нереализуем	
17	5,754	71,315	0,416	10,5	10,5	
18	5,754	71,315	0,847	14,2	14,2	
19	5,754	71,315	2,538	12,3	12,3	
20	5,754	71,315	3,7755	11,0	11,0	
21	5,754	71,91	0,416	10,2	10,2	
22	5,754	71,91	0,847	13,7	13,7	
23	5,754	71,91	2,538	14,8	14,8	
24	5,754	71,91	3,7755	14,6	14,6	
25	5,754	78,28	0,416	9,9	9,9	
26	5,754	78,28	0,847	10,3	10,3	
27	5,754	78,28	2,538	16,4	16,4	
28	5,754	78,28	3,7755	13,1	13,1	
29	5,754	79,04	0,416	10,6	10,6	
30	5,754	79,04	0,847	10,2	10,2	
31	5,754	79,04	2,538	12,9	12,9	
32	5,754	79,04	3,7755	9,3	9,3	
33	10,152	71,315	0,416	19,8	19,8	
34	10,152	71,315	0,847	22,5	22,5	
35	10,152	71,315	2,538	19,9	19,9	
36	10,152	71,315	3,7755	26,8	26,8	
37	10,152	71,91	0,416	19,6	19,6	
38	10,152	71,91	0,847	19,2	19,2	
39	10,152	71,91	2,538	20,34	20,34	
40	10,152	71,91	3,7755	15,1	15,1	
41	10,152	78,28	0,416	19,5	19,5	
42	10,152	78,28	0,847	15,5	15,5	
43	10,152	78,28	2,538	16,2	16,2	
44	10,152	78,28	3,7755	14,3	14,3	
45	10,152	79,04	0,416	19,2	19,2	
46	10,152	79,04	0,847	14,8	14,8	
47	10,152	79,04	2,538	10,3	10,3	
48	10,152	79,04	3,7755	8,3	8,3	
49	11,4885	71,315	0,416	21,1	21,1	
50	11,4885	71,315	0,847	22,9	22,9	
51	11,4885	71,315	2,538	20,8	20,8	
52	11,4885	71,315	3,7755	27,4	27,4	
53	11,4885	71,91	0,416	20,8	20,8	
54	11,4885	71,91	0,847	19,8	19,8	
55	11,4885	71,91	2,538	21,1	21,1	
56	11,4885	71,91	3,7755	16,2	16,2	
57	11,4885	78,28	0,416	20,6	20,6	
58	11,4885	78,28	0,847	15,6	15,6	
59	11,4885	78,28	2,538	15,3	15,3	
60	11,4885	78,28	3,7755	12,9	12,9	
61	11,4885	79,04	0,416	20,5	20,5	
62	11,4885	79,04	0,847	14,1	14,1	
63	11,4885	79,04	2,538	9,7	9,7	
64	11,4885	79,04	3,7755	7,6	7,6	

Таблица А.2 – «Рабочая матрица» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,315$ мм

№ состава	Состав смеси, %					Прочность, МПа
	Х1 - % вяжущего	Х2 - % песка	Х3 - % кварцевого песка в общей смеси, добавленная в вяжущее			
1	2,9155	72,675	0,42	18,6	18,6	
2	2,9155	72,675	0,859	14,1	14,1	
3	2,9155	72,675	2,583	8,1	8,1	
4	2,9155	72,675	3,8475	Нереализуем	Нереализуем	
5	2,9155	75,24	0,42	18,1	18,1	
6	2,9155	75,24	0,859	13,1	13,1	
7	2,9155	75,24	2,583	7,5	7,5	
8	2,9155	75,24	3,8475	Нереализуем	Нереализуем	
9	2,9155	77,31	0,42	14,9	14,9	
10	2,9155	77,31	0,859	12,8	12,8	
11	2,9155	77,31	2,583	7,5	7,5	
12	2,9155	77,31	3,8475	Нереализуем	Нереализуем	
13	2,9155	79,8	0,42	13,1	13,1	
14	2,9155	79,8	0,859	12,1	12,1	
15	2,9155	79,8	2,583	7,7	7,7	
16	2,9155	79,8	3,8475	Нереализуем	Нереализуем	
17	5,852	72,675	0,42	17,3	17,3	
18	5,852	72,675	0,859	17,4	17,4	
19	5,852	72,675	2,583	18,3	18,3	
20	5,852	72,675	3,8475	15,2	15,2	
21	5,852	75,24	0,42	17,5	17,5	
22	5,852	75,24	0,859	16,9	16,9	
23	5,852	75,24	2,583	17,7	17,7	
24	5,852	75,24	3,8475	14,9	14,9	
25	5,852	77,31	0,42	17,6	17,6	
26	5,852	77,31	0,859	17,0	17,0	
27	5,852	77,31	2,583	18,0	18,0	
28	5,852	77,31	3,8475	14,9	14,9	
29	5,852	79,8	0,42	17,4	17,4	
30	5,852	79,8	0,859	14,3	14,3	
31	5,852	79,8	2,583	15,1	15,1	
32	5,852	79,8	3,8475	13,4	13,4	
33	10,332	72,675	0,42	27,6	27,6	
34	10,332	72,675	0,859	26,5	26,5	
35	10,332	72,675	2,583	18,9	18,9	
36	10,332	72,675	3,8475	26,5	26,5	
37	10,332	75,24	0,42	28,1	28,1	
38	10,332	75,24	0,859	26,9	26,9	
39	10,332	75,24	2,583	19,4	19,4	
40	10,332	75,24	3,8475	22,2	22,2	
41	10,332	77,31	0,42	27,1	27,1	
42	10,332	77,31	0,859	26,8	26,8	
43	10,332	77,31	2,583	19,3	19,3	
44	10,332	77,31	3,8475	19,1	19,1	
45	10,332	79,8	0,42	22,3	22,3	
46	10,332	79,8	0,859	20,1	20,1	
47	10,332	79,8	2,583	13,2	13,2	
48	10,332	79,8	3,8475	7,6	7,6	
49	11,691	72,675	0,42	24,3	24,3	
50	11,691	72,675	0,859	19,8	19,8	
51	11,691	72,675	2,583	17,2	17,2	
52	11,691	72,675	3,8475	20,4	20,4	
53	11,691	75,24	0,42	23,9	23,9	
54	11,691	75,24	0,859	20,2	20,2	
55	11,691	75,24	2,583	14,5	14,5	
56	11,691	75,24	3,8475	17,9	17,9	
57	11,691	77,31	0,42	15,9	15,9	
58	11,691	77,31	0,859	16,3	16,3	
59	11,691	77,31	2,583	10,0	10,0	
60	11,691	77,31	3,8475	10,6	10,6	
61	11,691	79,8	0,42	10,1	10,1	
62	11,691	79,8	0,859	9,4	9,4	
63	11,691	79,8	2,583	8,2	8,2	
64	11,691	79,8	3,8475	5,3	5,3	

Продолжение приложения А

Таблица А.3 – «Рабочая матрица» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций ≤0,63 мм

№ состава	Состав смес., %					Прочность, МПа
	Х1 - % вяжущего	Х2 - % песка	Х3 - % кварцевого песка в общей смеси, добавленного в вяжущее	4	5	
1	3,0975	76,585	0,444	16,3	16,3	
2	3,0975	76,585	0,9	13,2	13,2	
3	3,0975	76,585	2,715	Нереализуем	Нереализуем	
4	3,0975	76,585	4,0545	16,5	16,5	
5	3,0975	77,18	0,444	13,5	13,5	
6	3,0975	77,18	0,9	17,2	17,2	
7	3,0975	77,18	2,715	Нереализуем	Нереализуем	
8	3,0975	77,18	4,0545	18,1	18,1	
9	3,0975	81,0	0,444	14,6	14,6	
10	3,0975	81,0	0,9	17,1	17,1	
11	3,0975	81,0	2,715	Нереализуем	Нереализуем	
12	3,0975	81,0	4,0545	19,3	19,3	
13	3,0975	84,265	0,444	15,1	15,1	
14	3,0975	84,265	0,9	17,2	17,2	
15	3,0975	84,265	2,715	Нереализуем	Нереализуем	
16	3,0975	84,265	4,0545	15,2	15,2	
17	4,465	74,545	0,444	12,3	12,3	
18	4,465	74,545	0,9	13,1	13,1	
19	4,465	74,545	2,715	16,5	16,5	
20	4,465	74,545	4,0545	16,1	16,1	
21	4,465	77,18	0,444	13,5	13,5	
22	4,465	77,18	0,9	14,3	14,3	
23	4,465	77,18	2,715	17,1	17,1	
24	4,465	77,18	4,0545	16,8	16,8	
25	4,465	81,0	0,444	15,6	15,6	
26	4,465	81,0	0,9	16,6	16,6	
27	4,465	81,0	2,715	20,9	20,9	
28	4,465	81,0	4,0545	27,5	27,5	
29	4,465	84,265	0,444	18,1	18,1	
30	4,465	84,265	0,9	19,3	19,3	
31	4,465	84,265	2,715	16,8	16,8	
32	4,465	84,265	4,0545	17,3	17,3	
33	9,4605	74,545	0,444	16,4	16,4	
34	9,4605	74,545	0,9	20,1	20,1	
35	9,4605	74,545	2,715	26,8	26,8	
36	9,4605	74,545	4,0545	26,2	26,2	
37	9,4605	77,18	0,444	16,6	16,6	
38	9,4605	77,18	0,9	20,9	20,9	
39	9,4605	77,18	2,715	27,5	27,5	
40	9,4605	77,18	4,0545	26,7	26,7	
41	9,4605	81,0	0,444	18,9	18,9	
42	9,4605	81,0	0,9	22,5	22,5	
43	9,4605	81,0	2,715	30,1	30,1	
44	9,4605	81,0	4,0545	26,5	26,5	
45	9,4605	84,265	0,444	19,2	19,2	
46	9,4605	84,265	0,9	16,9	16,9	
47	9,4605	84,265	2,715	20,0	20,0	
48	9,4605	84,265	4,0545	18,3	18,3	
49	12,258	74,545	0,444	25,2	25,2	
50	12,258	74,545	0,9	24,7	24,7	
51	12,258	74,545	2,715	23,1	23,1	
52	12,258	74,545	4,0545	28,3	28,3	
53	12,258	77,18	0,444	26,1	26,1	
54	12,258	77,18	0,9	20,3	20,3	
55	12,258	77,18	2,715	20,4	20,4	
56	12,258	77,18	4,0545	22,9	22,9	
57	12,258	81,0	0,444	18,2	18,2	
58	12,258	81,0	0,9	16,1	16,1	
59	12,258	81,0	2,715	9,3	9,3	
60	12,258	81,0	4,0545	Нереализуем	Нереализуем	
61	12,258	84,265	0,444	Нереализуем	Нереализуем	
62	12,258	84,265	0,9	Нереализуем	Нереализуем	
63	12,258	84,265	2,715	Нереализуем	Нереализуем	
64	12,258	84,265	4,0545	Нереализуем	Нереализуем	

Продолжение приложения Б

Таблица Б.3 – «Матрица планирования» для составов гранулированных заполнителей на основе песков фракций $\leq 0,63$ мм

№ опыта	Параметры для уравнений															
	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇	X ₈	X ₉	X ₁₀	X ₁₁	X ₁₂	X ₁₃	X ₁₄	X ₁₅
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11						
1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1						
2	1	-1	-1	-0,5	1	-0,5	1	1	1	1						
3	1	-1	-1	0,5	1	-0,5	-0,5	1	1	1						
4	1	-1	-0,5	-1	0,5	1	1	1	1	0,25						
5	1	-1	-0,5	-0,5	0,5	0,5	0,25	1	1	0,25						
6	1	-1	-0,5	0,5	-0,5	-0,5	-0,25	1	1	0,25						
7	1	-1	0,5	-1	-0,5	1	-0,5	1	1	0,25						
8	1	-1	0,5	-0,5	-0,5	0,5	-0,25	1	1	0,25						
9	1	-1	0,5	0,5	-0,5	-0,5	0,25	1	1	0,25						
10	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1						
11	1	-1	1	-0,5	-1	0,5	-0,5	1	1	1						
12	1	-1	1	0,5	-1	-0,5	0,5	1	1	0,25						
13	1	-0,5	-1	0,5	0,5	0,5	1	0,25	1	1						
14	1	-0,5	-1	-0,5	0,5	0,25	0,5	0,25	1	0,25						
15	1	-0,5	-1	0,5	0,5	-0,25	-0,5	0,25	1	0,25						
16	1	-0,5	-1	1	0,5	-0,5	-1	0,25	1	1						
17	1	-0,5	-0,5	-1	0,25	0,5	0,5	0,25	0,25	1						
18	1	-0,5	-0,5	-0,5	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25						
19	1	-0,5	-0,5	0,5	0,25	-0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25						
20	1	-0,5	-0,5	1	0,25	-0,5	-0,5	0,25	0,25	0,25						
21	1	-0,5	0,5	-1	-0,25	0,5	-0,5	0,25	0,25	1						
22	1	-0,5	0,5	-0,5	-0,25	0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25						
23	1	-0,5	0,5	0,5	-0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25	0,25						
24	1	-0,5	0,5	1	-0,25	-0,5	0,5	0,25	0,25	0,25						
25	1	-0,5	1	-1	-0,5	0,5	-1	0,25	1	1						
26	1	-0,5	1	-0,5	-0,5	0,25	-0,5	0,25	1	0,25						
27	1	-0,5	1	0,5	-0,5	-0,25	0,5	0,25	1	0,25						
28	1	-0,5	1	1	-0,5	-0,5	1	0,25	1	1						
29	1	0,5	-1	-1	-0,5	0,5	-1	0,25	1	1						
30	1	0,5	-1	-0,5	-0,5	0,25	0,5	0,25	1	0,25						
31	1	0,5	-1	0,5	-0,5	-0,25	-0,5	0,25	1	0,25						
32	1	0,5	1	-0,5	-0,5	-0,5	1	0,25	1	1						
33	1	0,5	-0,5	-1	-0,5	-0,5	1	0,25	1	1						
34	1	0,5	-0,5	-0,5	-0,5	-0,25	0,5	0,25	1	0,25						
35	1	0,5	-0,5	0,5	-0,5	0,25	-0,5	0,25	1	0,25						
36	1	0,5	-0,5	1	-0,5	0,5	-1	0,25	1	1						
37	1	0,5	0,5	-1	-0,25	-0,5	0,5	0,25	0,25	1						
38	1	0,5	0,5	-0,5	-0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25	0,25						
39	1	0,5	0,5	0,5	-0,25	0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25						
40	1	0,5	0,5	1	-0,25	0,5	-0,5	0,25	0,25	0,25						
41	1	0,5	1	-1	0,25	-0,5	-0,5	0,25	0,25	1						
42	1	0,5	1	-0,5	0,25	-0,25	-0,25	0,25	0,25	0,25						
43	1	0,5	1	0,5	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25						
44	1	0,5	1	1	0,25	0,5	0,5	0,25	0,25	0,25						
45	1	1	-1	-1	0,5	-0,5	-1	0,25	1	1						
46	1	1	-1	-0,5	0,5	-0,25	-0,5	0,25	1	0,25						
47	1	1	-1	0,5	0,5	0,25	0,5	0,25	1	0,25						
48	1	1	-1	1	0,5	0,5	1	0,25	1	1						
49	1	1	-0,5	-1	-0,5	-1	0,5	1	0,25	1						
50	1	1	-0,5	-0,5	-0,5	-0,5	0,25	1	0,25	0,25						
51	1	1	-0,5	0,5	-0,5	0,5	-0,25	1	0,25	0,25						
52	1	1	-0,5	1	-0,5	1	-0,5	1	0,25	1						
53	1	1	0,5	-1	0,5	-1	-0,5	1	0,25	1						
54	1	1	0,5	-0,5	0,5	-0,5	-0,25	1	0,25	0,25						
55	1	1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,25	1	0,25	0,25						

Приложение В. Данные прочностных показателей в матричной форме
для проведения планирования эксперимента

```

experimentsMatrix_016 = np.array([
[ 7.264, 9.773, 9.625, 9.890, 8.681],
[ 9.105, 10.116, 8.195, 8.763, 8.943],
[ 7.582, 8.001, 6.645, 8.223, 6.706],
[ 7.183, 7.556, 9.285, 7.337, 9.649],
[ 8.971, 9.496, 8.865, 9.569, 7.536],
[ 6.854, 5.299, 6.553, 6.113, 5.166],
[ 7.530, 8.494, 6.899, 7.922, 9.201],
[16.188, 13.857, 14.405, 15.655, 16.331],
[15.910, 13.761, 15.496, 15.892, 13.921],
[ 7.400, 9.400, 7.945, 7.328, 9.009],
[16.828, 16.397, 14.914, 15.654, 17.331],
[10.496, 11.042, 10.108, 10.781, 10.296],
[ 9.400, 10.462, 11.995, 9.707, 9.014],
[13.686, 14.978, 14.581, 13.949, 14.479],
[11.907, 10.956, 12.953, 12.210, 11.565],
[10.830, 10.825, 10.033, 12.420, 11.014],
[ 8.888, 8.725, 10.405, 11.692, 10.790],
[13.971, 15.095, 13.682, 15.098, 13.560],
[14.113, 14.585, 15.535, 16.062, 15.086],
[13.183, 14.591, 14.931, 15.098, 14.705],
[10.222, 9.334, 10.075, 10.766, 10.537],
[ 9.685, 10.090, 10.999, 11.564, 10.950],
[16.018, 17.197, 16.357, 17.276, 16.992],
[13.015, 13.237, 13.083, 12.633, 13.975],
[11.805, 11.083, 11.427, 11.743, 9.761],
[ 9.388, 8.929, 10.683, 8.869, 9.563],
[11.718, 11.853, 12.204, 11.450, 11.715],
[ 9.287, 8.537, 10.277, 8.544, 9.199],
[19.273, 19.912, 20.499, 21.010, 21.223],
[21.250, 22.681, 21.608, 23.111, 23.980],
[19.666, 18.962, 19.166, 18.457, 20.536],
[26.562, 26.263, 28.284, 26.433, 26.131],
[20.468, 18.867, 19.891, 19.756, 20.892],
[19.706, 19.887, 19.719, 18.183, 19.976],
[21.450, 21.578, 18.902, 19.380, 20.101],
[15.792, 15.920, 15.200, 13.738, 13.791],
[20.186, 20.663, 20.196, 20.322, 20.575],
[14.787, 14.396, 16.588, 16.701, 15.815],
[17.659, 17.194, 15.197, 16.896, 16.906],
[15.284, 15.084, 13.476, 14.522, 15.225],
[18.429, 20.468, 18.775, 19.617, 19.892],
[14.251, 15.359, 13.464, 15.957, 14.681],
[11.522, 11.118, 10.834, 9.454, 9.602],
[ 7.161, 7.334, 7.393, 7.583, 7.011],
[19.924, 19.858, 22.451, 20.555, 21.655],
[23.708, 21.650, 24.207, 23.933, 22.464],
[20.046, 22.212, 20.898, 21.913, 19.896],
[26.649, 27.647, 28.774, 28.892, 27.024],
[19.491, 21.640, 21.725, 20.462, 21.358],
[19.486, 19.633, 20.976, 18.376, 20.217],
[19.892, 21.272, 20.971, 22.017, 20.854],
[15.931, 16.789, 17.389, 16.509, 15.715],
[20.105, 21.104, 20.607, 21.104, 19.360],
[14.672, 16.479, 16.840, 15.686, 16.169],
[16.559, 15.295, 15.156, 14.795, 16.349],
[12.939, 13.395, 12.000, 12.220, 12.178],
[19.654, 19.840, 21.193, 20.066, 20.963],
[14.011, 15.103, 15.130, 14.161, 13.245],
[ 9.856, 9.284, 11.010, 10.906, 10.858],
[ 7.762, 8.155, 8.049, 8.638, 6.846]]
experimentsMatrix_0315 = np.array([
[18.632, 18.008, 17.512, 19.616, 18.199],
[13.123, 14.422, 12.821, 13.504, 12.603],
[ 8.432, 9.463, 7.795, 7.455, 9.596],
[19.439, 17.686, 18.570, 17.114, 19.480],
[12.851, 13.123, 12.065, 13.993, 13.185],
[ 8.795, 6.389, 7.645, 7.062, 7.086],
[15.780, 14.088, 14.272, 14.653, 13.703],
[13.089, 12.173, 12.051, 13.365, 11.533],
[ 6.604, 6.438, 8.597, 7.864, 6.921],
[12.135, 11.971, 14.099, 11.762, 13.873],
[12.864, 12.327, 12.481, 11.295, 10.642],
[ 7.428, 7.406, 6.374, 7.664, 7.316],
[17.169, 17.190, 18.707, 15.869, 17.100],
[17.201, 18.516, 17.588, 17.042, 17.977],
[17.775, 19.290, 16.889, 18.668, 17.665],
[14.940, 15.056, 15.198, 15.065, 15.756],
[17.075, 17.328, 17.399, 18.039, 17.624],
[17.058, 15.942, 18.179, 15.788, 17.103],
[17.535, 18.032, 16.572, 17.314, 19.010],
[15.066, 14.511, 15.166, 14.352, 13.642],
[18.032, 18.996, 17.626, 16.890, 18.911],
[15.941, 18.077, 16.129, 18.437, 18.054],
[18.354, 17.491, 17.028, 18.818, 16.932],
[15.418, 16.031, 15.026, 13.894, 13.783],
[17.428, 18.601, 17.599, 18.546, 18.290],
[14.013, 12.911, 15.590, 14.011, 14.723],
[14.871, 16.063, 13.882, 13.866, 15.184],
[12.508, 12.097, 14.483, 14.768, 12.879],
[26.635, 27.309, 26.155, 26.436, 28.150],
[26.676, 26.166, 25.269, 25.387, 26.297],
[19.100, 20.177, 18.481, 18.925, 17.712],
[26.349, 27.396, 25.146, 25.014, 26.032],
[27.565, 26.771, 27.075, 27.387, 28.883],
[26.671, 28.345, 26.255, 26.891, 26.459],
[18.497, 18.892, 18.219, 19.796, 20.820],
[20.976, 21.474, 21.037, 21.870, 22.624],
[27.459, 27.273, 25.953, 27.291, 25.180],
[26.023, 27.372, 27.241, 25.876, 27.107],
[18.223, 19.302, 19.145, 18.768, 20.426],
[20.314, 19.521, 17.759, 19.091, 19.799],
[21.924, 22.842, 23.228, 21.305, 23.574],
[19.031, 18.638, 19.987, 18.667, 18.758],
[13.896, 12.727, 12.176, 11.720, 13.240],
[ 6.715, 8.511, 8.714, 6.394, 6.654],
[25.780, 24.730, 23.798, 23.430, 24.041],
[20.182, 19.713, 18.581, 19.453, 19.131],
[17.599, 16.626, 16.208, 17.892, 16.940],
[21.118, 19.072, 20.099, 19.464, 19.327],
[23.428, 24.189, 23.651, 22.687, 25.330],
[21.489, 19.653, 19.689, 21.257, 19.703],
[14.243, 13.061, 13.164, 13.448, 15.193],
[17.837, 19.025, 17.849, 16.714, 18.786],
[15.519, 16.613, 14.419, 15.022, 14.996],
[16.578, 17.785, 16.295, 17.464, 17.554],
[ 8.651, 11.484, 8.828, 8.790, 10.419],
[11.779, 9.636, 11.180, 11.390, 10.598],
[ 8.602, 8.653, 10.476, 10.261, 9.515],
[10.644, 8.447, 9.292, 10.697, 10.664],
[ 6.749, 6.829, 8.939, 9.654, 7.252]]
experimentsMatrix_063 = np.array([
[17.552, 15.613, 14.957, 14.923, 17.235],
[12.909, 14.017, 12.471, 13.418, 12.797],
[16.142, 18.679, 16.229, 16.684, 16.456],
[15.302, 16.775, 15.167, 15.967, 16.561],
[12.489, 13.934, 13.740, 14.991, 12.183],
[16.175, 17.093, 16.747, 16.696, 17.574],
[16.625, 19.399, 19.513, 17.429, 19.355],
[15.048, 13.416, 14.540, 14.645, 14.319],
[17.062, 15.638, 17.250, 16.355, 17.981],
[19.370, 20.747, 18.625, 20.206, 18.596],
[13.809, 13.760, 15.452, 16.585, 14.377],
[16.289, 17.978, 17.861, 18.330, 16.356],
[15.132, 15.408, 15.084, 16.509, 15.661],
[10.885, 9.966, 10.884, 12.534, 12.222],
[12.936, 12.229, 13.345, 12.430, 13.651],
[17.820, 17.949, 15.174, 17.412, 17.032],
[16.398, 16.469, 16.389, 14.985, 16.629],
[12.277, 13.613, 12.526, 14.920, 12.541],
[13.545, 13.505, 14.216, 15.746, 14.703],
[16.856, 18.360, 17.657, 18.102, 16.724],
[18.128, 16.891, 15.653, 16.737, 16.610],
[15.517, 17.023, 15.445, 16.549, 14.669],
[15.768, 17.541, 14.840, 16.866, 15.409],
[18.757, 16.149, 16.863, 17.638, 16.837],
[16.859, 16.905, 18.029, 17.921, 18.997],
[19.648, 18.321, 20.544, 19.073, 19.007],
[16.349, 15.792, 16.413, 17.959, 17.589],
[17.867, 16.838, 17.363, 16.232, 17.235],
[15.541, 17.109, 16.528, 17.487, 16.776],
[21.132, 19.518, 19.699, 19.583, 21.193],
[25.686, 26.353, 26.082, 26.531, 27.089],
[25.561, 27.223, 26.996, 26.908, 25.467],
[15.837, 17.993, 15.162, 17.988, 17.697],
[20.808, 19.891, 20.696, 21.184, 20.935],
[28.607, 28.564, 27.907, 27.945, 27.144],
[28.063, 25.632, 25.468, 25.686, 25.470],
[18.178, 18.913, 19.903, 18.458, 17.506],
[21.277, 21.080, 22.207, 22.229, 22.269],
[27.513, 28.779, 28.788, 26.583, 28.846],
[26.094, 24.644, 25.496, 26.344, 26.868],
[19.601, 19.736, 18.600, 20.005, 20.593],
[17.805, 15.622, 16.728, 16.384, 16.991],
[19.988, 19.020, 20.791, 19.493, 21.252],
[18.730, 17.884, 16.910, 18.245, 18.607],
[24.037, 25.425, 23.737, 25.561, 25.666],
[24.417, 25.793, 23.363, 23.366, 23.827],
[22.029, 24.317, 22.465, 23.623, 22.053],
[29.654, 29.086, 27.560, 27.803, 29.733],
[25.056, 26.260, 24.847, 26.602, 26.295],
[18.974, 20.550, 19.870, 21.212, 21.195],
[19.890, 20.334, 21.418, 20.503, 21.238],
[21.548, 22.256, 24.013, 22.756, 22.635],
[17.789, 18.423, 17.106, 17.415, 16.797],
[16.374, 15.558, 14.704, 15.515, 16.379],
[ 8.137, 8.578, 8.480, 8.378, 7.890]]

```

Приложение Г. Результаты уравнений регрессии

Таблица Г.1 – Результаты уравнения регрессии

№ п/п	Для песков фракций, мм								
	≤0,16			≤0,315			≤0,63		
	у	ŷ	Δу	у	ŷ	Δу	у	ŷ	Δу
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	8,5	9,07	-0,57	18,6	15,83	2,77	16,3	15,97	0,33
2	9,3	9,41	-0,11	14,1	13,83	0,27	13,2	15,44	-2,24
3	7,1	9,22	-2,12	8,1	9,63	-1,53	17,2	14,25	2,95
4	8,4	10,21	-1,81	18,1	16,57	1,53	16,5	17,23	-0,73
5	8,3	10,22	-1,92	13,1	14,49	-1,39	13,5	16,5	-3
6	6,4	9,38	-2,98	7,5	10,13	-2,63	17,2	14,94	2,26
7	8,2	12,35	-4,15	14,9	17,17	-2,27	18,1	19,57	-1,47
8	14,9	11,72	3,18	12,8	14,93	-2,13	14,6	18,45	-3,85
9	14,5	9,59	4,91	7,5	10,25	-2,75	17,1	16,13	0,97
10	8,2	13,35	-5,15	13,1	17,04	-3,94	19,3	20,66	-1,36
11	15,9	12,41	3,49	12,1	14,72	-2,62	15,1	19,35	-4,25
12	10,0	9,64	0,36	7,7	9,88	-2,18	17,2	16,64	0,56
13	10,5	13,01	-2,51	17,3	19,86	-2,56	14,2	18,61	-4,41
14	14,2	13,37	0,83	17,4	18,17	-0,77	11,3	18,39	-7,09
15	12,3	13,23	-0,93	18,3	14,59	3,71	13,1	17,86	-4,76
16	11,0	12,73	-1,73	15,2	12,71	2,49	16,5	17,54	-1,04
17	10,2	13,52	-3,32	17,5	19,91	-2,41	16,1	19,07	-2,97
18	13,7	13,56	0,14	16,9	18,14	-1,24	13,5	18,66	-5,16
19	14,8	12,77	2,03	17,7	14,41	3,29	14,3	17,74	-3,44
20	14,6	11,95	2,65	14,9	12,44	2,46	17,1	17,23	-0,13
21	9,9	14,41	-4,51	17,6	19,15	-1,55	16,8	19,82	-3,02
22	10,3	13,81	-3,51	17,0	17,22	-0,22	15,6	19,03	-3,43
23	16,4	11,73	4,67	18,0	13,17	4,83	16,3	17,33	-1,03
24	13,1	10,26	2,84	14,9	11,04	3,86	17,4	16,44	0,96
25	10,6	14,79	-4,19	17,4	18,33	-0,93	18,1	20,12	-2,02
26	10,2	13,87	-3,67	14,3	16,33	-2,03	19,3	19,13	0,17
27	12,9	11,16	1,74	15,1	12,11	2,99	16,8	17,05	-0,25
28	9,3	9,36	-0,06	13,4	9,91	3,49	17,3	15,96	1,34
29	19,8	19,82	-0,02	27,6	24,26	3,34	16,4	21,74	-5,34
30	22,5	20,23	2,27	26,5	23,2	3,3	20,1	22,16	-2,06
31	19,9	20,19	-0,29	18,9	20,88	-1,98	26,8	22,9	3,9
32	26,8	19,74	7,06	26,5	19,62	6,88	26,2	23,22	2,98
33	19,6	19,08	0,52	28,1	22,95	5,15	16,6	20,61	-4,01
34	19,2	19,17	0,03	26,9	21,81	5,09	20,9	20,84	0,06
35	20,34	18,49	1,85	19,4	19,33	0,07	27,5	21,19	6,31
36	15,1	17,72	-2,62	22,2	17,99	4,21	26,7	21,31	5,39
37	19,5	17,48	2,02	26,1	19,46	6,64	18,9	18,19	0,71
38	15,5	16,93	-1,43	26,8	18,16	8,64	22,5	18,03	4,47
39	16,2	14,96	1,24	19,3	15,36	3,94	27,6	17,61	9,99
40	14,3	13,54	0,76	19,1	13,86	5,24	25,4	17,34	8,06
41	19,2	16,62	2,58	22,3	17,29	5,01	19,2	16,90	2,3
42	14,8	15,74	-0,94	20,1	15,91	4,19	16,9	16,55	0,35
43	10,3	13,13	-2,83	13,2	12,95	0,25	20,0	15,73	4,27
44	8,3	11,39	-3,09	7,6	11,37	-3,77	18,3	15,28	3,02
45	21,1	22,69	-1,59	24,3	24,64	-0,34	25,2	22,24	2,96
46	22,9	23,13	-0,23	19,8	23,9	-4,1	24,7	22,97	1,73
47	20,8	23,15	-2,35	17,2	22,2	-5	23,1	24,35	-1,25
48	27,4	22,72	4,68	20,4	21,25	-0,85	28,3	24,98	3,32
49	20,8	21,33	-0,53	23,9	22,65	1,25	26,1	20,32	5,78
50	19,8	21,45	-1,65	20,2	21,83	-1,63	20,3	20,86	-0,56
51	21,1	20,82	0,28	14,5	19,97	-5,47	20,4	21,84	-1,44
52	16,2	20,07	-3,87	17,9	18,94	-1,04	22,9	22,29	0,61
53	20,6	18,48	2,12	15,9	17,80	-1,9	18,2	16,31	1,89
54	15,6	17,96	-2,36	16,3	16,82	-0,52	16,1	16,46	-0,36
55	15,3	16,04	-0,74	10,0	14,64	-4,64	9,3	16,67	-7,37
56	12,9	14,65	-1,75	10,6	13,45	-2,85			
57	20,5	17	3,5	10,1	14,94	-4,84			
58	14,1	16,15	-2,05	9,4	13,87	-4,47			
59	9,7	13,59	-3,89	8,2	11,54	-3,34			
60	7,6	11,87	-4,27	5,3	10,27	-4,97			

Приложение Д. Анализ величины прочности по входным данным

С целью улучшения качества (точности) математической модели необходимо проанализировать входные Y . Замечено, что разброс значений Δy сильно влияет на качество (точность) математической модели. Проведя анализ значений Δy , воспользуемся классическим методом в системе программирования Python, при помощи которого вычислили медианы Y . Данный подход строится на системе «выброс, промах» – в статистике результат измерения, выделяющийся из общей выборки.

Статистический метод, способный действовать в условиях выбросов, называется робастным. Медиана является робастной характеристикой, а выборочное среднее – нет. Выбросоустойчивый (робастный) метод – метод, направленный на выявление выбросов, снижение их влияния или исключение их из выборки. Основная задача выбросоустойчивых методов — отличить «плохое» наблюдение от «хорошего», притом даже самый простой из подходов — субъективный (основанный на внутренних ощущениях исследователя) — может принести значительную пользу, однако для мотивированной отбраковки все же исследователями применяются методы, имеющие в своей основе некие строгие математические обоснования. На рисунках Д.1 – Д.3 приведены анализы медиан для результатов прочности ГЗ на основе песков фракций $\leq 0,16$ мм, $\leq 0,315$ мм, $\leq 0,63$ мм.

Процесс оптимизации является последовательным, длительным и объемным, при этом могут применяться различные методы, так или иначе улучшающие итоговые значения. Для нашей математической модели данные улучшения могут влиять на два параметра: доверительная вероятность и диапазон значений относительно среднего Y .

Рассмотрим пример для ГЗ на основе песка фр. $\leq 0,63$ мм. На рисунке Д.3 можно увидеть 4 точки, которые принимаем за выбросы, так как они не принадлежат общей тенденции выборки для песка фракции $\leq 0,63$ мм. Их мы можем убрать из математической модели, чтобы добиться увеличения точности. В таблице Д.1 представлены первоначальные и измененные коэффициенты a_i , полученные в процессе оптимизации.

Продолжение приложения Д

```
plt.boxplot(experimentsMatrixMean_016)
```

```
{'boxes': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c7ac90>],
'caps': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c07650>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c07a50>],
'fliers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c12290>],
'means': [],
'medians': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c07e50>],
'whiskers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c7ad50>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c07250>]}
```

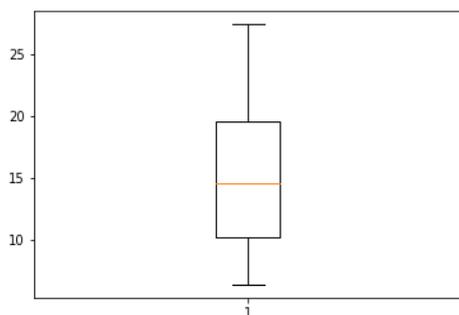


Рисунок Д.1 – Анализ медианы для результатов прочности гранулированных заполнителей на основе песков фр. $\leq 0,16$ мм

```
plt.boxplot(experimentsMatrixMean_0315)
```

```
{'boxes': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c98510>],
'caps': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c98e90>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077ca22d0>],
'fliers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077ca2ad0>],
'means': [],
'medians': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077ca26d0>],
'whiskers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c985d0>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077c98a90>]}
```

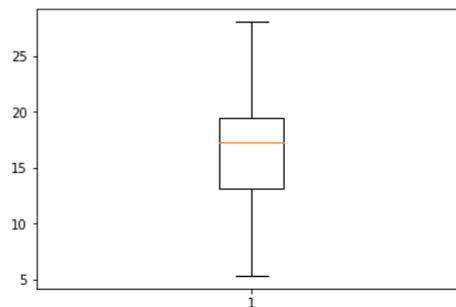


Рисунок Д.2 – Анализ медианы для результатов прочности гранулированных заполнителей на основе песков фр. $\leq 0,315$ мм

```
plt.boxplot(experimentsMatrixMean_063)
```

```
{'boxes': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d21e10>],
'caps': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d2c7d0>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d2cbd0>],
'fliers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d38410>],
'means': [],
'medians': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d2cfd0>],
'whiskers': [<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d21ed0>,
<matplotlib.lines.Line2D at 0x7fb077d2c3d0>]}
```

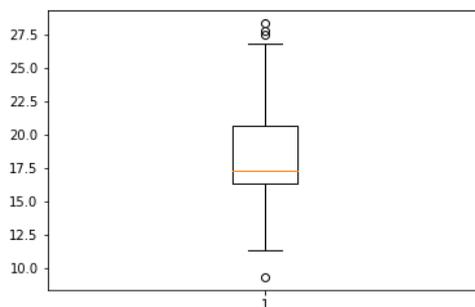


Рисунок Д.3 – Анализ медианы для результатов прочности гранулированных заполнителей на основе песков фр. $\leq 0,63$ мм

Таблица Д.1 – Изменения значений коэффициентов a_i в процессе оптимизации

Фракция песка, мм	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	a_7	$F_{расч}$
$\leq 0,63$ стандарт	0,0269	0,0047	0,0141	0,0217	0,0287	0,00002	0,0175	14,162
$\leq 0,63$ изм	0,0280	0,0047	0,0090	0,0259	0,0288	0,00002	0,0175	13,29

Продолжение приложения Д

Увеличение доверительной вероятности ведёт к улучшению точности предсказаний математической модели. Вероятность, с которой в условиях данного опыта полученные экспериментальные результаты можно считать надежными (достоверными), называют доверительной вероятностью или надежностью. Величина доверительной вероятности определяется характером производимых измерений. Для бетонных изделий отклонения показаний прибора (при тарировке на контрольных кубах) от наиболее вероятной прочности должно составлять в 95% случаях не более 15%, однако наша математическая модель даёт вероятность 90%. Данный показатель можно объяснить различием формирования внутренней структуры (расположение, концентрация гранул определенного зернового состава и другое) используемых материалов для проведения эксперимента.

Толкование доверительного интервала, основанное на интуиции, будет следующим: если уровень доверия p велик (скажем, 0,95 или 0,99), то доверительный интервал, почти наверняка, содержит истинное значение u .

Диапазон значений для прочности - спорная величина. С одной стороны уменьшение диапазона даёт некие гарантии того, что мы сможем покрыть все отклонения значений прочности качественно рассчитанной смеси, однако, все выбросы (некачественные замесы) мы покрыть не сможем, поэтому в данном случае необходимо определить оптимальное значение диапазона прочности, что не является целью данной работы.

При проведении экспериментов и математического анализа определено, что наиболее оптимальный разброс итоговых предсказанных значений прочности находится в пределах $\pm 1,5$ МПа.

Приложение Е. Акт о выпуске полупромышленной партии гранулированных
заполнителей с использованием портландцемента
и кварцевого песка фракций $\leq 0,63$ мм



УТВЕРЖДАЮ

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свинарев

« 9 » 02 2022

Акт

о выпуске полупромышленной партии гранулированных заполнителей с
использованием портландцемента и кварцевого песка фракций $\leq 0,63$ мм

г. Белгород

« 9 » 02 2022

Мы, нижеподписавшиеся, представители ООО «Стройтехнология»: начальник цеха Апанасенко А.Н., начальник лаборатории Агаркова Ю.С. и представители БГТУ им. В.Г. Шухова: ведущий научный сотрудник Загороднюк Л.Х., исполнитель Рыжих В.Д. составили настоящий акт о том, что с 12 января 2022 г. по 9 февраля 2022 г. на предприятии была выпущена полупромышленная партия гранулированных заполнителей с использованием портландцемента и кварцевого песка фракций $\leq 0,63$ мм в объеме $1,5 \text{ м}^3$ весом ≈ 1300 кг и испытана в соответствии с требованиями ГОСТ 9758-2012 «Заполнители пористые неорганические для строительных работ. Методы испытаний».

Результаты испытаний полученных гранулированных заполнителей с использованием портландцемента и кварцевого песка фракций $\leq 0,63$ мм показали следующие характеристики:

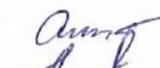
Средняя плотность, г/см ³	1,3
Водопоглощение, %	12
Насыпная плотность, кг/м ³	900
Пустотность, %	67,9
Минимальный размер зерен Ø и L, мм	Ø=4; L=4
Максимальный размер зерен Ø и L, мм	Ø=5; L=7
Прочность при сдавливании в цилиндре в 28 сут., МПа	2,2

Начальник цеха

Начальник лаборатории

Ведущий научный сотрудник

Исполнитель

 А.Н. Апанасенко
 Ю.С. Агаркова
 Л.Х. Загороднюк
 В.Д. Рыжих

Приложение Ж. Акт о выпуске полупромышленной партии композиционных вяжущих с использованием портландцемента и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь»



УТВЕРЖДАЮ

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев

«11» 03 2022

Акт

о выпуске полупромышленной партии композиционных вяжущих с использованием портландцемента и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь»

г. Белгород

«11» 03 2022

Мы, нижеподписавшиеся, представители ООО «Стройтехнология»: начальник цеха Апанасенко А.Н., начальник лаборатории Агаркова Ю.С. и представители БГТУ им. В.Г. Шухова: ведущий научный сотрудник Загороднюк Л.Х., исполнитель Рыжих В.Д. составили настоящий акт о том, что с 10 февраля 2022 г. по 10 марта 2022 г. на предприятии была выпущена полупромышленная партия композиционных вяжущих с использованием портландцемента (ПЦ) и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь» (Ш) в пропорциях ПЦ/Ш=60/40% в объеме 500 кг и испытана в соответствии с ГОСТ 310.2-76 «Цементы. Методы определения тонкости помола»; ГОСТ 310.3-76 «Цементы. Методы определения нормальной густоты, сроков схватывания и равномерности изменения объема»; ГОСТ 310.4-81 «Цементы. Методы определения предела прочности при изгибе и сжатии».

Результаты испытаний полученных композиционных вяжущих с использованием портландцемента (ПЦ) и шлака доменного гранулированного (Ш) в пропорциях ПЦ/Ш=60/40% показали следующие характеристики:

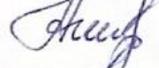
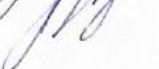
Удельная поверхность после помола $S_{уд}$, м ² /кг	920
Истинная плотность, кг/м ³	3100
Нормальная густота, %	32
Сроки схватывания, мин:	
-начало	60
-конец	130
Насыпная плотность, кг/м ³	1310
Равномерность изменения объема, мм	4
Средняя прочность при сжатии в возрасте 2 суток, МПа	41
Средняя прочность при сжатии в возрасте 28 суток, МПа	60

Начальник цеха

Начальник лаборатории

Ведущий научный сотрудник

Исполнитель

 А.Н. Апанасенко
 Ю.С. Агаркова
 Л.Х. Загороднюк
 В.Д. Рыжих

Приложение И. Акт о выпуске полупромышленной партии закладочных смесей с использованием композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь»



УТВЕРЖДАЮ

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев

«11» 04 2022

Акт

о выпуске полупромышленной партии закладочных смесей с использованием композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь»

г. Белгород

«11» 04 2022

Мы, нижеподписавшиеся, представители ООО «Стройтехнология»: начальник цеха Апанасенко А.Н., начальник лаборатории Агаркова Ю.С. и представители БГТУ им. В.Г. Шухова: ведущий научный сотрудник Загороднюк Л.Х., исполнитель Рыжих В.Д. составили настоящий акт о том, что с 11 марта 2022 г. по 8 апреля 2022 г. на предприятии была выпущена полупромышленная партия закладочных смесей с использованием композиционных вяжущих на основе портландцемента и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь»; гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь» в объеме 1500 кг и испытана в соответствии с ГОСТ 12730.1-2020 «Бетоны. Методы определения плотности»; ГОСТ 10181-2014 «Смеси бетонные. Методы испытаний»; ГОСТ 10180-2012 «Бетоны. Методы определения прочности по контрольным образцам».

Результаты испытаний полученных закладочных смесей с использованием композиционных вяжущих, гранулированных заполнителей и шлака доменного гранулированного ПАО «Северсталь» показали следующие характеристики:

Плотность в возрасте 2 сут., кг/м ³	2050
Плотность в возрасте 28 сут., кг/м ³	1995
Прочность на сжатие в возрасте 2 суток, МПа	3,0
Прочность на сжатие в возрасте 28 суток, МПа	15,0
Прочность на растяжение при изгибе в возрасте 2 суток, МПа	0,7
Прочность на растяжение при изгибе в возрасте 28 суток, МПа	2,3
Водоотделение, %	1,6
Предельное напряжение сдвига τ_0 , Па	130
Подвижность смеси (осадка конуса), см	19 (П4)
Усадка, %	5
Растекаемость, см	20,0

Начальник цеха

Начальник лаборатории

Ведущий научный сотрудник

Исполнитель

А.Н. Апанасенко

Ю.С. Агаркова

Л.Х. Загороднюк

В.Д. Рыжих

Приложение К. Технические условия «Гранулированные заполнители на основе кварцевого песка и портландцемента»

ОКПД2 23.64.10.110

ГРУППА Ж 13

ОКС 91.100.99

РАЗРАБОТАНО

СОГЛАСОВАНО

Директор

Директор



Г.В. Богданов

2022



ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев

«20» 05 2022

**«ГРАНУЛИРОВАННЫЕ ЗАПОЛНИТЕЛИ НА ОСНОВЕ
КВАРЦЕВОГО ПЕСКА И ПОРТЛАНДЦЕМЕНТА»**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 23.64.10-001-98455471-2022

(вводятся впервые)

Дата введения 1.06.2022

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова

ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение Л. Технические условия «Композиционные вяжущие
для закладочных смесей»

ОКПД2 23.51.12.113

ГРУППА Ж 12

ОКС 91.100.10

РАЗРАБОТАНО

СОГЛАСОВАНО

Директор

Директор

ООО «ЭкоТехПласт»

ООО «Стройтехнология»



Г.В. Богданов



А.В. Свиначев

2022

2022

**«КОМПОЗИЦИОННЫЕ ВЯЖУЩИЕ
ДЛЯ ЗАКЛАДОЧНЫХ СМЕСЕЙ»**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 23.51.12-003-98455471-2022

(вводятся впервые)

Дата введения 1.06.2022г.

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова

ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение М. Технические условия «Закладочные смеси»

ОКПД2 23.64.10.110

ГРУППА Ж 13

ОКС 91.100.30

РАЗРАБОТАНО

Директор

ООО «ЭкоТехПласт»



Г.В. Богданов

2022

СОГЛАСОВАНО

Директор

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев



«10»

05

2022

**«ЗАКЛАДОЧНЫЕ СМЕСИ»
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ТУ 23.64.10-005-98455471-2022**

(вводятся впервые)

Дата введения 1.06.2022

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова
ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение Н. Технологический регламент производства гранулированных
заполнителей на основе кварцевого песка и портландцемента

ООО «ЭкоТехПласт»

РАЗРАБОТАНО

Директор

ООО «ЭкоТехПласт»

Г.В. Богданов

05 2022



СОГЛАСОВАНО

Директор

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев

05 2022



**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ
ПРОИЗВОДСТВА ГРАНУЛИРОВАННЫХ ЗАПОЛНИТЕЛЕЙ
НА ОСНОВЕ КВАРЦЕВОГО ПЕСКА И ПОРТЛАНДЦЕМЕНТА**

ТР (В) 98455471-002-2022

(вводится впервые)

Дата введения 1.06.2022г.

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова

ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение П. Технологический регламент производства
композиционных вяжущих для закладочных смесей

ООО «ЭкоТехПласт»

РАЗРАБОТАНО

Директор

ООО «ЭкоТехПласт»



Г.В. Богданов

2022

СОГЛАСОВАНО

Директор

ООО «Стройтехнология»



А.В. Свиарев

2022

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ
ПРОИЗВОДСТВА КОМПОЗИЦИОННЫХ ВЯЖУЩИХ
ДЛЯ ЗАКЛАДОЧНЫХ СМЕСЕЙ

ТР (В) 98455471-004-2022

(вводится впервые)

Дата введения 1.06.2022

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова

ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение Р. Технологический регламент производства закладочных смесей

ООО «ЭкоТехПласт»

РАЗРАБОТАНО

Директор

ООО «ЭкоТехПласт»

Г.В. Богданов

«19» 05 2022

**СОГЛАСОВАНО**

Директор

ООО «Стройтехнология»

А.В. Свиначев

«20» 05 2022



**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ
ПРОИЗВОДСТВА ЗАКЛАДОЧНЫХ СМЕСЕЙ**

ТР (В) 98455471-006-2022

(вводится впервые)

Дата введения 1.06.2022г

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

БГТУ им. В.Г. Шухова

ст. научный сотрудник

Л.Х. Загороднюк

инженер

В.Д. Рыжих

Белгород

2022

Приложение С. Выписка из протокола заседания научно-технического совета открытого акционерного общества «Всероссийский научно-исследовательский институт по осушению месторождений полезных ископаемых, защите инженерных сооружений от обводнения, специальным горным работам, геомеханике, геофизике, гидротехнике, геологии и маркшейдерскому делу» №4 от 27 октября 2023 года



ОАО «ВЮОГЕМ»

Открытое акционерное общество «Всероссийский научно-исследовательский институт по осушению месторождений полезных ископаемых, защите инженерных сооружений от обводнения, специальным горным работам, геомеханике, геофизике, гидротехнике, геологии и маркшейдерскому делу»
(ИНН: 3123281533, ОГРН: 1113123006908, КПП: 312301001)

308007, РФ, г.Белгород, пр-кт Б.Хмельнического, д.86, тел.+7(4722)732-515, <http://www.viogem-sp.ru>

ВЫПИСКА ИЗ ПРОТОКОЛА

заседания научно-технического совета открытого акционерного общества
«Всероссийский научно-исследовательский институт по осушению
месторождений полезных ископаемых, защите инженерных сооружений от
обводнения, специальным горным работам, геомеханике, геофизике,
гидротехнике, геологии и маркшейдерскому делу»

№ 4 от 27 октября 2023 года

Присутствовали:

В голосовании приняли участие 21 член научно-технического совета из 23: канд. техн. наук Серый С.С., канд. техн. наук Киянец А.В., канд. техн. наук Яницкий Е.Б., д-р техн. наук, проф. Сергеев С.В., канд. техн. наук Волков Ю.И., д-р геол.-минерал. наук, проф. Хаустов В.В., д-р техн. наук, проф. Тюпин В.Н., канд. техн. наук Алилуев В.Н., канд. техн. наук Быховец А.Н., канд. техн. наук Герасимов А.В., канд. техн. наук Коноваленко В.Я., канд. геол.-минерал. наук Фролов А.П., канд. техн. наук Игнатенко И.М., канд. техн. наук Кабелко С.Г., канд. техн. наук Сеница И.В., канд. техн. наук Коновалов А. В., канд. техн. наук Зинченко А.В., Соловьев А.В., Овсянников А.Н., Шемякин А.Ю., Шафоростов А.П., утвержденных приказом ОАО «ВЮОГЕМ» от 11.01.2023 № 01/01-09.

ПОВЕСТКА ДНЯ:

Рассмотрение диссертационной работы Рыжих Владислава Дмитриевича на тему «Закладочные твердеющие смеси с направленным структурообразованием», представленной на соискание ученой степени

Продолжение приложения С

кандидата технических наук по специальности 2.1.5. Строительные материалы и изделия.

СЛУШАЛИ:

доклад Рыжих В.Д. о результатах выполненной диссертационной работы.

РЕШИЛИ:

1. Диссертация аспиранта БГТУ им. В.Г. Шухова Рыжих Владислава Дмитриевича на тему «Закладочные твердеющие смеси с направленным структурообразованием» является завершенной научно-квалификационной работой, направленной на обеспечение безопасных и эффективных условий ведения подземных горных работ в сложных горно-геологических условиях на рудниках России.

2. Результаты выполненной диссертационной работы по применению твердеющих смесей с направленным структурообразованием представляют значительный практический интерес и рекомендуются для широкого внедрения при разработке проектных решений по ведению закладочных работ в подземных горных выработках.

Результаты открытого голосования:

«за» - 21, «против» - нет, «воздержалось» - нет.

Председатель
научно-технического совета,
канд. техн. наук



Серый С.С.

Секретарь
научно-технического совета,
канд. техн. наук

Зинченко А.В.

Приложение Т. Справка о внедрении результатов научно-исследовательской работы в учебный процесс

 **УТВЕРЖДАЮ**
Проректор по цифровой трансформации
и образовательной деятельности
БГТУ им. В.Г. Шухова
В.М. Поляков
«11» 09 2023

СПРАВКА
о внедрении результатов научно-исследовательской работы
в учебный процесс

Теоретические положения диссертационной работы В.Д. Рыжих на тему: «Закладочные твердеющие смеси с направленным структурообразованием» и результаты экспериментальных лабораторных исследований используются в учебном процессе при подготовке бакалавров по направлению 08.03.01-05 «Производство и применение строительных материалов, изделий и конструкций» и магистров по направлению 08.04.01 «Строительство» по программам «Технология строительных материалов, изделий и конструкций», «Эффективные композиты для зеленого строительства», «Эффективные строительные композиты для 3D аддитивных технологий», «Инновации и трансфер технологий» при изучении следующих дисциплин: «Строительные материалы и изделия», «Сырьевая база промышленности строительных материалов», «Теоретические основы строительного материаловедения», «Современные технологии композиционных материалов», «Композиционные вяжущие».

Зав. кафедрой строительного
материаловедения изделия и конструкций,
д-р. техн. наук, профессор



В.С. Лесовик

Приложение У. Патент РФ на изобретение № 2022110127/03(021274)
«Гранулированный наполнитель для бетонной смеси, состав бетонной смеси
для получения бетонных строительных изделий, бетонное строительное изделие»

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2795801

**ГРАНУЛИРОВАННЫЙ ЗАПОЛНИТЕЛЬ ДЛЯ
БЕТОННОЙ СМЕСИ, СОСТАВ БЕТОННОЙ СМЕСИ
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БЕТОННЫХ СТРОИТЕЛЬНЫХ
ИЗДЕЛИЙ, БЕТОННОЕ СТРОИТЕЛЬНОЕ ИЗДЕЛИЕ**

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова" (RU)*

Авторы: *Загороднюк Лилия Хасановна (RU), Рыжих Владислав Дмитриевич (RU), Махортов Денис Сергеевич (RU), Сумской Дмитрий Алексеевич (RU), Сытов Глеб Андреевич (RU), Черныш Александр Сергеевич (RU), Рыжих Дарья Александровна (RU), Аль Мамури Саад Кхалил Шаид (RU)*

Заявка № 2022110127

Приоритет изобретения **14 апреля 2022 г.**

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации **11 мая 2023 г.**

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает **14 апреля 2042 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов

