



ВЛИЯНИЕ МИНЕРАЛЬНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ НА СТЕПЕНЬ КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ВТОРИЧНОГО ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТА

В. В. Нефедов

*ГОУ ВПО «Донбасская национальная академия строительства и архитектуры»,
2, ул. Державина, г. Макеевка, ДНР, 86123.
E-mail: v.v.nefedov@donnasa.ru*

Получена 29 октября 2021; принята 26 ноября 2021.

Аннотация. Для определения влияния дисперсного наполнителя в виде золы гидроудаления на степень кристалличности вторичного полиэтилентерефталата (ПЭТФ) проведён сравнительный анализ для ПЭТФ в исходном виде (хлопья, полученные измельчением ПЭТФ-тары) и после процессов изготовления образцов полимерного композиционного материала (ПКМ) способом термоформования. Степень кристалличности исходного вторичного ПЭТФ определена по интенсивности характерных пиков ИК-спектрограммы. Для образцов ПКМ определена интенсивность пиков по данным рентгенофазового анализа (РФА). Дополнительно для подтверждения результатов, полученных вышеуказанными методиками, степень кристалличности определена методом измерения плотности образцов. Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о существенном влиянии наполнителя в виде золы гидроудаления на надмолекулярную структуру вторичного ПЭТФ, в частности об увеличении степени кристалличности при наполнении ПЭТФ модифицированной золой гидроудаления на 24,39 % в сравнении с ненаполненным полимером.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, вторичный полиэтилентерефталат, зола теплоэлектростанций, степень кристалличности.

ВПЛИВ МІНЕРАЛЬНОГО НАПОВНЮВАЧА НА СТУПІНЬ КРИСТАЛІЧНОСТІ ВТОРИННОГО ПОЛІЕТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТУ

В. В. Нефедов

*ДОНУ ВПО «Донбаська національна академія будівництва і архітектури»,
2, вул. Державіна, м. Макіївка, ДНР, 86123.
E-mail: v.v.nefedov@donnasa.ru*

Отримана 29 жовтня 2021; прийнята 26 листопада 2021.

Анотація. Для визначення впливу дисперсного наповнювача у вигляді золы гідровидалення на ступінь кристалічності вторинного поліетилентерефталату (ПЕТФ) проведено порівняльний аналіз для ПЕТФ у вихідному вигляді (пластівки, отримані подрібненням ПЕТФ-тари) та після процесів виготовлення зразків полімерного композиційного матеріалу (ПКМ) способом термоформування. Ступінь кристалічності вихідного вторинного ПЕТФ визначено за інтенсивністю характерних піків ІЧ-спектрограми. Для зразків ПКМ визначено інтенсивність піків за даними рентгенофазового аналізу (РФА). Додатково для підтвердження результатів, отриманих вищезазначеними методиками, ступінь кристалічності визначено методом вимірювання густини зразків. Результати рентгенофазового аналізу свідчать про суттєвий вплив наповнювача у вигляді золы гідровидалення на надмолекулярну структуру вторинного ПЕТФ, зокрема про збільшення ступеня кристалічності при наповненні ПЕТФ модифікованою золою гідровидалення на 24,39 % порівняно з ненаповненим полімером.

Ключові слова: полімерний композиційний матеріал, вторинний поліетилентерефталат, зола теплоелектростанцій, ступінь кристалічності.

INFLUENCE OF MINERAL FILLER ON DEGREE OF CRYSTALLINE SECONDARY POLYETHYLENE TEREPHTHALATE

Vladislav Nefedov

Donbas National Academy of Civil Engineering and Architecture,

2, Derzhavina Str., Makeyevka, DPR, 86123.

E-mail: v.v.nefedov@donnasa.ru

Received 29 October 2021; accepted 26 November 2021.

Abstract. To determine the effect of a dispersed filler in the form of hydraulic ash removal on the degree of crystallinity of secondary polyethylene terephthalate (PET), a comparative analysis was carried out for PET in its original form (flakes obtained by grinding PET bottles) and after the processes of making samples of polymer composite material (PCM) by thermoforming. The degree of crystallinity of the initial secondary PET was determined from the intensity of the characteristic peaks in the IR spectrogram. For PCM samples, the intensity of the peaks was determined from the data of X-ray phase analysis (XRD). Additionally, to confirm the results obtained by the above methods, the degree of crystallinity was determined by measuring the density of the samples. The results of X-ray phase analysis indicate a significant effect of the filler in the form of hydro-removal ash on the supramolecular structure of secondary PET, in particular, an increase in the degree of crystallinity when PET is filled with modified hydro-removal ash by 24,39 % in comparison with the unfilled polymer.

Keywords: polymer composite material, recycled polyethylene terephthalate, ash from thermal power plants, degree of crystallinity.

Основная часть

Несмотря на большие запасы минерального сырья, объем производства высококачественных и одновременно экономически выгодных наполнителей для полимерных композиционных материалов является недостаточным. Актуальным является поиск дешёвых наполнителей, получаемых из отходов различных видов промышленности, таких как фосфшлаки, шламы, известковая мука и золы тепловых электростанций. Наибольший интерес эти наполнители представляют для создания дисперснонаполненных полимерных композитов, в частности для производства строительных материалов и изделий. В ряде исследований установлено, что зола ТЭС является структурирующим наполнителем в полимерных системах, включая фенольные смолы, поливинилхлорид, полиэтилен, эпоксидную смолу и полиэфир [1, 2]. Тем не менее исследования золы-уноса и особенно золы гидроудаления в качестве наполнителя полимерных композиционных материалов достаточно ограничены.

Применение золы тепловых электростанций (ТЭС) в качестве наполнителя в полимерных композиционных материалах в последнее время привлекает повышенное внимание, особенно учитывая соотношения цена / большие запасы. Применение золы обеспечивает ряд преимуществ: это одно из крупных направлений её утилизации и, ввиду дешевизны и доступности, она снижает общую стоимость полимерных композитов.

Согласно действующей нормативной документации золошлаковые отходы по гранулометрическому составу и способу извлечения принято разделять на три вида материалов: зола-уноса, топливный шлак и золошлаковая смесь. Зола – несгорающий остаток с размером частиц меньше 0,16 мм [3] (в некоторых источниках меньше 0,315 мм [4]), образующийся из минеральных примесей топлива при полном его сгорании и осаждаемый из дымовых газов золоулавливающими устройствами. В зависимости от свойств золы и золошлаковой смеси количество

зольной составляющей в шихте может находиться в пределах от 20 до 70 %. По способу удаления различают золу сухого (зола-уноса) и мокрого (зола гидроудаления) отбора. Зола мокрого отбора образуется при удалении её с помощью воды в виде пульпы по золопроводам с последующим размещением в золоотвалах [3].

Так как зола гидроудаления представляет собой смесь дисперсных частиц преимущественно сферической формы размером от 0,1 до 200 мкм [5], то в соответствии с ГОСТ 333742-2016 «Композиты полимерные. Классификация» её можно отнести к неорганическим микроформным наполнителям для производства полимерных композитов [5, 6].

В ряде работ было исследовано влияние наполнения золой ТЭС полимерной матрицы на основе первичного и вторичного ПЭТФ на физико-механические свойства композиций. Наполнение термопластичных полимеров золой ТЭС может оказывать негативное влияние на некоторые прочностные характеристики полимерных композитов ввиду плохой адгезии на границе раздела фаз [7, 8]. Вместе с тем существуют свидетельства увеличения прочностных показателей подобных композиций [9, 10]. Улучшение свойств наполненного дисперсными частицами вторичного ПЭТФ объясняется структурными изменениями в полимере в присутствии наполнителя. Наполнитель при равномерном распределении в полимерной матрице ускоряет релаксационные процессы, повышает плотность упаковки образующихся структур, снижает уровень остаточных напряжений в полимере [11]. При этом существенное влияние на формирующиеся физико-механические свойства наполненного золой полимерного композиционного материала оказывают концентрация и дисперсность частиц золы.

В то же время основными недостатками золы ТЭС по сравнению с распространёнными коммерческими минеральными наполнителями для полимерных материалов являются её относительно крупный фракционный состав и химически инертная по отношению к большинству полимерных связующих поверхность частиц. Эту проблему можно преодолеть, модифицируя поверхность золы подходящими химическими реагентами [12].

В работе представлены результаты исследования влияния содержания наполнителя (исход-

ного и модифицированного) на степень кристалличности полимерной матрицы композиционного материала на основе вторичного полиэтилентерефталата и химически модифицированной золы гидроудаления ТЭС [13]. Наполнитель был подвергнут модифицированию поверхности обработкой водным раствором серной кислоты с концентрацией 5 %.

Для определения влияния дисперсного наполнителя в виде золы гидроудаления на степень кристалличности вторичного полиэтилентерефталата (ВПЭТФ) проведён сравнительный анализ для ВПЭТФ в исходном виде (хлопья, полученные измельчением ПЭТФ-тары) и после процессов изготовления образцов полимерного композиционного материала способом термомформования.

Степень кристалличности исходного ВПЭТФ была определена по методике, основанной на изучении интенсивности пиков ИК-спектрограммы, представленной на рисунке 1. Расчёт степени кристалличности вторичного ПЭТФ с использованием метода ИК-спектроскопии осуществлялся по уравнению [14]:

$$X = A_c / A_a, \quad (1)$$

где A_c и A_a – суммарная интенсивность поглощения при определённой частоте (см^{-1}) кристаллических и аморфных пиков соответственно.

Интенсивность поглощения рассчитана в соответствии с законом Ламберта-Бэра по уравнению:

$$A = \lg(I_o / I), \quad (2)$$

где I_o – интенсивность падающего инфракрасного излучения;

I – интенсивность падающего инфракрасного излучения, прошедшего через образец.

Был применен метод ИК-спектроскопии в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) с помощью ИК-Фурье-спектрометра «Agilent Cary 630» в рабочем диапазоне $650 \dots 4000 \text{ см}^{-1}$.

Согласно [14] для расчёта степени кристалличности полимера была определена интенсивность пиков с частотами поглощения, характерными для аморфных и кристаллических областей ПЭТФ. Частоты поглощения аморфных областей: 790, 898, 1020, 1024; кристаллических: 972, 848 см^{-1} . Результаты анализа ИК-спектрограммы ВПЭТФ приведены в таблице 1.

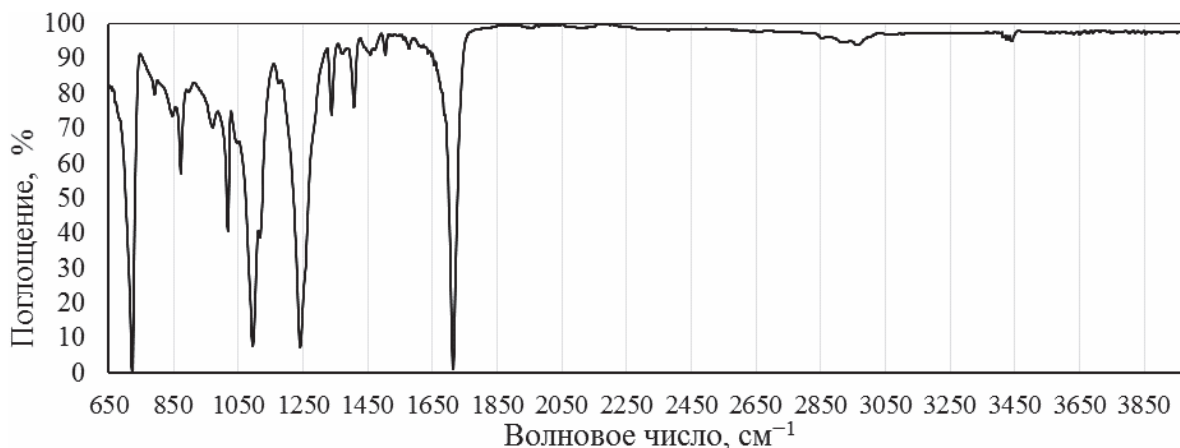


Рисунок 1. ИК-спектрограмма вторичного ПЭТФ.

Таблица 1. Характеристика пиков ИК-спектрограммы ВПЭТФ

Фаза	Волновое число пика, см ⁻¹	Поглощение, %
Аморфная	790	68,9
	898	70,8
	1 020	28,3
	1 042	50,9
Кристаллическая	972	55,6
	848	60,2

Анализ ВПЭТФ и образцов композита с различной концентрацией наполнителя проводился с помощью рентгеновского дифрактометра «ДРОН-4-07». Дифракционная картина регистрировалась при длине волны $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$ в пошаговом режиме ($2\theta = 10...80^\circ$ с шагом $0,1^\circ$ и временем экспозиции 5 с) при 27 кВ, 15 мА.

Расчёт степени кристалличности ВПЭТФ и образцов композита методом рентгеноструктурного анализа осуществлялся по формуле [15]:

$$X = \frac{\int_0^\infty d^2 I_c(s) ds}{\int_0^\infty d^2 I(s) ds}, \quad (3)$$

где $I(s)$ – интенсивность когерентного рентгеновского рассеяния от образца (кристаллической и аморфной области);

$I_c(s)$ – интенсивность когерентного рентгеновского рассеяния от кристаллической области;

s – величина вектора обратной решётки, равная:

$$s = (2 \sin \theta) / \lambda, \quad (4)$$

где θ – половина угла дифрагированных лучей от направления падающих рентгеновских лучей; λ – длина волны рентгеновских лучей.

На основании линейной связи между плотностью кристаллической и аморфной фаз в условно двухфазной системе степень кристалличности ВПЭТФ определялась по уравнению [16]:

$$X \approx \frac{P - P_a}{0,18p_a - 0,11} 100, \quad (5)$$

где p – плотность образца;

p_a – плотность аморфной фазы полиэтилентерефталата, $p_a = 1,335...1,337 \text{ г/см}^3$ [16].

Для определения степени кристалличности образцов ПЭТФ после формирования (вторичный ПЭТФ) был применён метод рентгенофазового анализа. Полиэтилентерефталат является полукристаллическим полимером, который в соответствии с [17, 18] характеризуется тремя интенсивными дифракционными пиками при $2\theta = 17,5; 23,1$ и $26,1^\circ$, что соответствует граням (010), (110) и (100) триклинного кристалла ПЭТФ. Широкое гало $2\theta = 23,0^\circ$ указывает на наличие аморфной фазы [19].

Рентгеновская дифрактограмма образца вторичного ПЭТФ представлена на рисунке 2. На дифрактограмме отмечено шесть характерных для кристаллической фазы пиков с высокой

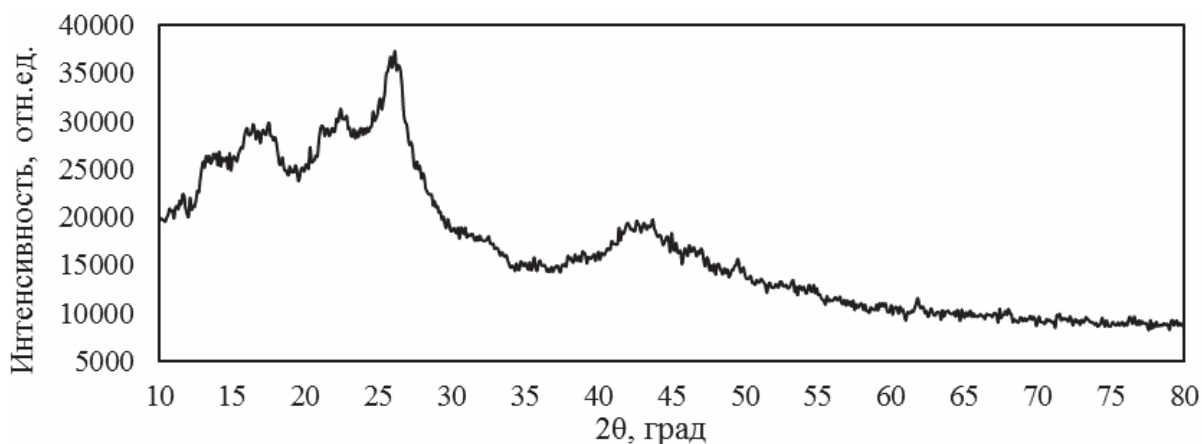


Рисунок 2. Рентгеновская дифрактограмма ВПЭТФ.

относительной интенсивностью (IR, %) – 26,1° ($d = 0,341$ нм, IR = 100 %), 22,8° ($d = 0,389$ нм, IR = 81,8 %), 17,5° ($d = 0,506$ нм, IR = 79,9 %), 16,4° ($d = 0,540$ нм, IR = 79,8 %), 21,5° ($d = 0,413$ нм, IR = 78,4%), 32,5° ($d = 0,275$ нм, IR = 48,4 %).

Дополнительно для подтверждения результатов, полученных вышеуказанными методиками, степень кристалличности ВПЭТФ определена методом измерения плотности образцов с помощью гидростатического взвешивания. Результаты определения степени кристалличности ВПЭТФ приведены в таблице 2.

Известно, что температурно-временной режим формования изделий из ПЭТФ существенно влияет на степень их кристалличности, в частности увеличение интенсивности термически индуцированной кристаллизации происходит при замедлении охлаждения расплава полимера [20]. Это подтверждается увеличением среднего значения степени кристалличности образцов ВПЭТФ, изготовленных методом термоформования на 59,75 % по сравнению с исходным ПЭТФ.

С целью изучения влияния наполнителя в виде золы гидроудаления на процесс кристаллизации полимерной матрицы выполнен рент-

генофазовый анализ образцов полимерного композиционного материала с различной концентрацией наполнителя, составы которого приведены в таблице 3.

Дифрактограммы образцов полимерного композиционного материала с содержанием наполнителя ($C_{\text{напол}}$) в диапазоне 55...70 % представлены на рисунке 3, интенсивность дифракционных отражений – в таблице 4, на рисунке 4.

Установлено изменение интенсивности характерных дифракционных пиков ВПЭТФ с увеличением содержания наполнителя в полимерном композиционном материале. При этом интенсивность пиков на рентгенограмме состава № 1 (концентрация наполнителя 55 %) принята за исходное значение на уровне 100 %.

Из результатов РФА следует, что наибольшее значение относительной интенсивности дифракционных пиков среди образцов полимерного композиционного материала, содержащего немодифицированный наполнитель, имеет образец состава № 2 (концентрация наполнителя 65 %). Это соответствует тому, что при формовании наполнитель поглощает часть тепловой энергии от нагревания полимерного связующего, что, в свою очередь, снижает скорость охлаждения

Таблица 2. Степень кристалличности ВПЭТФ

Материал	Степень кристалличности, %, по результатам			Среднее значение, %
	по плотности	ИКС	РФА	
Хлопья ПЭТФ	20,69	19,6	–	20,15
ВПЭТФ после формования	31,42	–	32,96	32,19

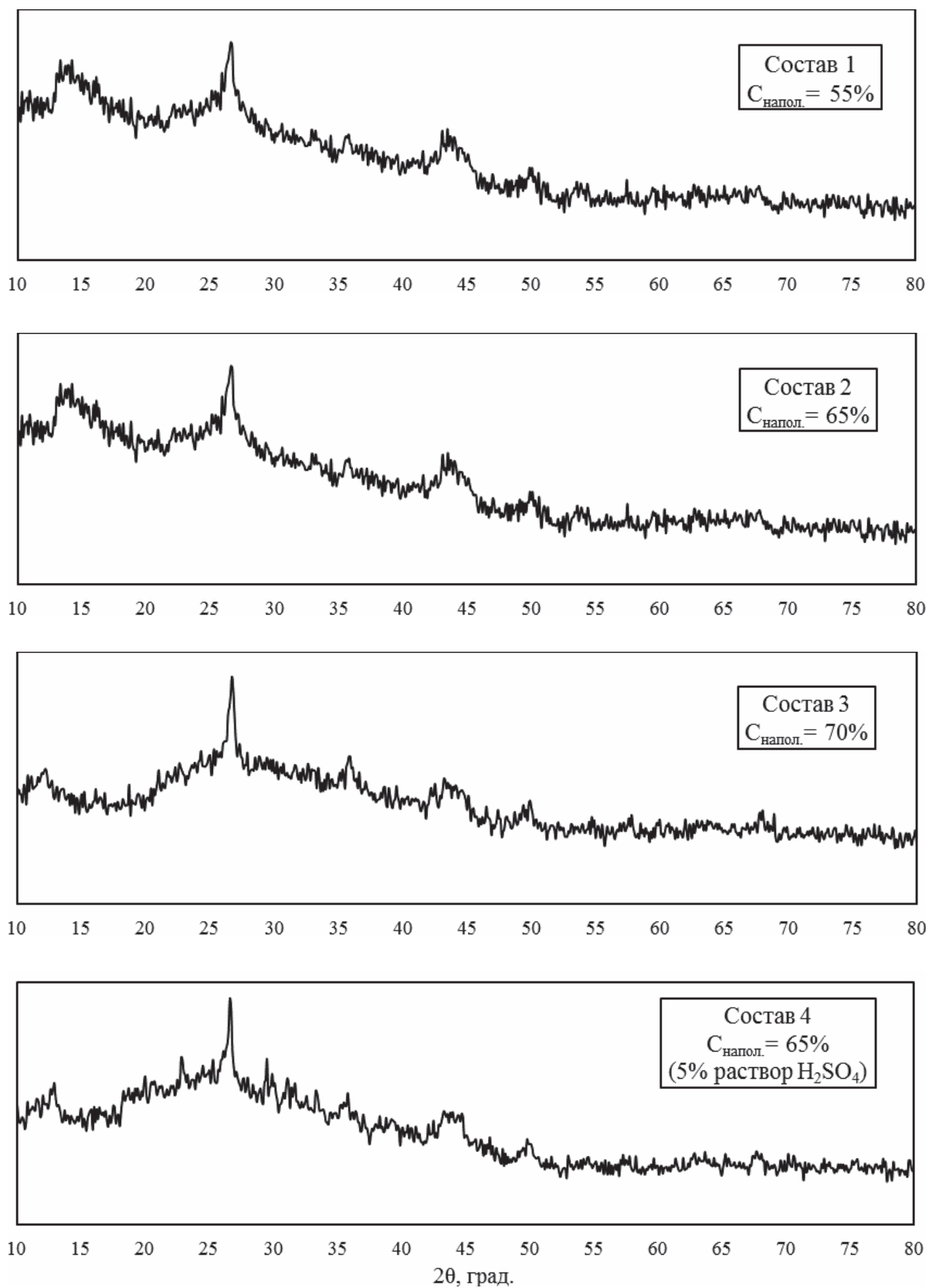


Рисунок 3. Рентгенограммы полимерного композиционного материала.

Таблица 3. Составы полимерного композиционного материала

Соотношение, %	Зола гидроудаления	
	исходная	модифицированная
1 – ВПЭТФ : Зола = 45 : 55	+	–
2 – ВПЭТФ : Зола = 35 : 65	+	–
3 – ВПЭТФ : Зола = 30 : 70	+	–
4 – ВПЭТФ : Зола = 35 : 65	–	+

Таблица 4. Относительная интенсивность дифракционных отражений

Состав	Интенсивность дифракционных пиков, 2θ, град.											
	32,5		26,1		22,8		21,5		17,5		16,4	
	п.е.	%	п.е.	%	п.е.	%	п.е.	%	п.е.	%	п.е.	%
1	13 832	100	17 136	100	15 632	100	14 912	100	16 128	100	16 376	100
2	14 440	104	17 976	105	15 864	101	16 984	114	16 184	100	16 528	101
3	14 480	105	16 656	97	14 944	95,5	13 989	94	12 888	80	13 228	81
4	14 960	108	18 728	109	17 352	111	17 145	115	16 376	102	14 256	87

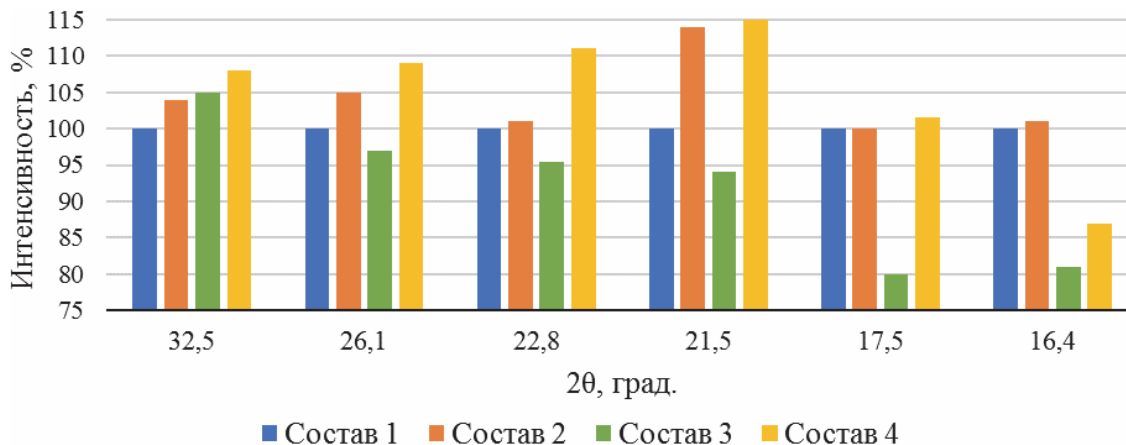


Рисунок 4. Относительная интенсивность пиков дифрактограмм.

материала. Более медленное охлаждение наполненного ВПЭТФ способствует образованию сферолитных структур и увеличению степени кристалличности наполненной полимерной матрицы [21, 22]. Помимо этого, на поверхности частиц наполнителя, которые выполняют функцию зародышеобразователей в процессе кристаллизации полимерной матрицы, в результате адсорбции возникают упорядоченные области полимера, играющие роль центров кристаллизации [23].

С другой стороны, образец состава № 3 с максимальной концентрацией наполнителя (70 %) имеет наименьшее значение относительной ин-

тенсивности пиков. Предположительно, в случае достаточно тонких слоёв полимера между частицами наполнителя при его высокой концентрации процесс кристаллизации полимерной матрицы ингибируется.

Наибольшую относительную интенсивность характерных пиков имеет образец № 4 с концентрацией наполнителя 65 %, модифицированного 5 %-ным раствором H₂SO₄. Это свидетельствует о повышенной нуклеирующей способности модифицированного наполнителя по отношению к матрице ВПЭТФ.

Данные анализа относительной интенсивности пиков рентгеновских дифрактограмм

сопоставимы с результатами расчёта степени кристалличности полимера, выполненного на основе рентгеноструктурного анализа по формуле (3) (таблица 5).

Таблица 5. Расчётная степень кристалличности полимера, определённая по рентгеновским дифрактограммам

Состав	Степень кристалличности, %
1	35,72
2	37,63
3	34,31
4	40,04

Полученные результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о существенном влиянии химически модифицированного наполнителя в виде золы гидроудаления на надмолекулярную структуру вторичного ПЭТФ в сравнении с ненаполненным вторичным полимером после термоформования исходного ПЭТФ, увеличивая степень кристалличности на 24,39 %.

Выводы

Установлено повышение среднего значения степени кристалличности образцов ПКМ, изготов-

ленных методом термоформования, в сравнении с ненаполненным ВПЭТФ, что обусловлено увеличением интенсивности термически индуцированной кристаллизации при замедлении охлаждения расплава полимера, содержащего наполнитель. Более медленное охлаждение наполненного ВПЭТФ способствует образованию сферолитных структур и увеличению степени кристалличности наполненной полимерной матрицы.

В пользу данного предположения свидетельствуют результаты РФА образцов ВПЭТФ с различной степенью наполнения полимерной матрицы. По мере увеличения содержания наполнителя от 55 до 65 % наблюдается повышение степени кристаллизации полимерной матрицы. Однако при большем содержании наполнителя (70 %) степень кристалличности минимальна. Вероятно, в случае достаточно тонких слоёв полимера между частицами наполнителя при его высокой концентрации процесс кристаллизации полимерной матрицы ингибируется. Наибольшую относительную интенсивность характерных пиков имеет образец ПКМ с содержанием наполнителя 65 %, модифицированного 5 %-ным раствором H_2SO_4 . Это свидетельствует о повышенной нуклеирующей способности модифицированного наполнителя по отношению к матрице ВПЭТФ.

Литература

1. Рюткянен, Е. А. Модификация поверхности твёрдых дисперсных наполнителей полимерными плёнками : специальность 02.00.06 «Высокомолекулярные соединения» : автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата химических наук / Рюткянен Евгения Александровна ; Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет). – Санкт-Петербург, 2012. – 21 с. – Текст : непосредственный.
2. Панова, Л. Г. Наполнители для полимерных композиционных материалов : учебное пособие / Л. Г. Панова. – Саратов : Саратовский государственный технический университет, 2010. – 69 с. – ISBN 978-5-7433. – Текст : непосредственный.
3. Путилин, Е. И. Применение зол уноса и золошлаковых смесей при строительстве автомобильных дорог. Обзорная информация отечественного и зарубежного опыта применения отходов от

Reference

1. Ryutkyanen, Ye. A. Modification of the surface of solid dispersed fillers with polymer films : abstract of thesis of Ph. D. in Chemistry ; Saint Petersburg State Technological Institute (Technical University). – Saint Petersburg, 2012. – 21 p. – Text : direct. (in Russian)
2. Panova, L. G. Fillers for polymer composite materials : text edition. – Saratov : Saratov State Technical University, 2010. – 69 p. – ISBN 978-5-7433. – Text : direct. (in Russian)
3. Putilin, Ye. I.; Tsvetkov, V. I. The use of fly ash and ash and slag mixtures in the construction of highways. Survey information of domestic and foreign experience of using waste from solid fuel combustion at TPPs. – Moscow : Soyuzdornii, 2003. – 61 p. – Text : direct. (in Russian)
4. GOST P 57789-2017. Ash, slag and ash-and-slag mixtures of TPPs for the production of artificial porous aggregates. Technical conditions. – Moscow :

- сжигания твердого топлива на ТЭС / Е. И. Путилин, В. И. Цветков. – Москва : Союздорнии, 2003. – 61 с. – Текст : непосредственный.
4. ГОСТ Р 57789-2017. Зола, шлаки и золошлаковые смеси ТЭС для производства искусственных пористых заполнителей. Технические условия : национальный стандарт Российской Федерации : издание официальное : утвержен и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 октября 2017 г. № 1399-ст : введен впервые : дата введения 2018-03-01 / разработан АО «НИИКерамзит». – Москва : Стандартинформ, 2017. – 11 с. – Текст : непосредственный.
 5. Chand, N. SEM observation of fractured flyash-polyester composites / N. Chand. – Текст : непосредственный // *Journal of Materials Science Letters*. – 1988. – Volume 7, № 1. – P. 36–38.
 6. Srinivasan, A. *Advances in Polymer Materials and Technology* / A. Srinivasan, S. Bandyopadhyay. – Boca Raton : CRC Press, 2016. – 824 p. – ISBN 9781498718813. – Текст : непосредственный.
 7. Guhanathan, S. Effect of coupling agents on the mechanical properties of fly ash/polyester particulate composites / S. Guhanathan, M. S. Devi, V. Murugesan. – Текст : непосредственный // *Journal of Applied Polymer Science*. – 2001. – Volume 82, № 7. – P. 1755–1760.
 8. Anandhan, S. Recent Trends in Fly Ash Utilization in Polymer Composites / S. Anandhan. – Текст : электронный // *International Journal of Waste Resources*. – 2014. – Volume 04, № 3. – 2 p. – URL: <https://www.longdom.org/open-access/recent-trends-in-fly-ash-utilization-in-polymer-composites-2252-5211-149.pdf> (дата обращения: 08.11.2021).
 9. Sharma, A. K. Effect of particle size of fly ash on recycled poly (ethylene terephthalate) / fly ash composites / A. K. Sharma, P. Mahanwar. – Текст : непосредственный // *International Journal of Plastics Technology*. – 2010. – Volume 14, № 1. – P. 53–64.
 10. Modification in Properties of Fly Ash through Mechanical and Chemical Activation / A. Sharma, K. Srivastava, V. Devra [at. al.]. – Текст : электронный // *American Chemical Science Journal*. – 2012. – Volume 2, № 4. – P. 177–187. – URL: <https://www.sciencedomain.org/download/NjkkQEBwZg.pdf> (дата обращения: 08.11.2021).
 11. Абдуллаев, Р. А. Модификация вторичных полимеров / Р. А. Абдуллаев, Г. П. Овчинникова, Т. П. Устинова. – Текст : непосредственный // *Пластические массы*. – 2012. – № 4. – С. 49–53.
 12. Effect of Particle Size and Concentration of Flyash on Properties of Polyester Thermoplastic Elastomer Composites / M. S. Sreekanth, V. A. Bambole, S. T. Mhaske [at. al.]. – Текст : электронный // *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*. – 2009. – Volume 8, № 3. – P. 237–248. – URL: https://www.scirp.org/pdf/JMMCE-20090300007_96038507.pdf (дата обращения: 08.11.2021).
 - Standartinform, 2017. – 11 p. – Text : direct. (in Russian)
 5. Chand, N. SEM observation of fractured flyash-polyester composites. – Text : direct. – In: *Journal of Materials Science Letters*. – 1988. – Volume 7, № 1. – P. 36–38. (in English)
 6. Srinivasan, A.; Bandyopadhyay, S. *Advances in Polymer Materials and Technology*. – Boca Raton : CRC Press, 2016. – 824 p. – ISBN 9781498718813. – Text : direct. (in English)
 7. Guhanathan, S.; Devi, M. S.; Murugesan, V. Effect of coupling agents on the mechanical properties of fly ash/polyester particulate composites. – Text : direct. – In: *Journal of Applied Polymer Science*. – 2001. – Volume 82, № 7. – P. 1755–1760. (in English)
 8. Anandhan, S. Recent Trends in Fly Ash Utilization in Polymer Composites. – Text : electronic. – In: *International Journal of Waste Resources*. – 2014. – Volume 04, № 3. – 2 p. – URL: <https://www.longdom.org/open-access/recent-trends-in-fly-ash-utilization-in-polymer-composites-2252-5211-149.pdf> (accessed date: 08.11.2021). (in English)
 9. Sharma, A. K.; Mahanwar, P. Effect of particle size of fly ash on recycled poly (ethylene terephthalate) / fly ash composites. – Text : direct. – In: *International Journal of Plastics Technology*. – 2010. – Volume 14, № 1. – P. 53–64. (in English)
 10. Sharma, A.; Srivastava, K.; Devra, V. [at. al.]. Modification in Properties of Fly Ash through Mechanical and Chemical Activation. – Text : electronic. – In: *American Chemical Science Journal*. – 2012. – Volume 2, № 4. – P. 177–187. – URL: <https://www.sciencedomain.org/download/NjkkQEBwZg.pdf> (accessed date: 08.11.2021). (in English)
 11. Abdullayev, R. A.; Ovchinnikova, G. P.; Ustinova, T. P. Modification of secondary polymers. – Text : direct. – In: *Plastic mass*. – 2012. – № 4. – P. 49–53. (in Russian)
 12. Sreekanth, M. S.; Bambole, V. A.; Mhaske, S. T. [at. al.]. Effect of Particle Size and Concentration of Flyash on Properties of Polyester Thermoplastic Elastomer Composites. – Text : electronic. – In: *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*. – 2009. – Volume 8, № 3. – P. 237–248. – URL: https://www.scirp.org/pdf/JMMCE20090300007_96038507.pdf (accessed date: 08.11.2021). (in English)
 13. Zaichenko, N. M.; Nefedov, V. V. (Polyethylene terephthalate) composite material with modified fly ash filler. – Text : electronic. – In: *Magazine of Civil Engineering*. – 2021. – Volume 101, № 1. – 10 p. – URL: [https://engstroy.spbstu.ru/userfiles/files/2021/1\(101\)/03.pdf](https://engstroy.spbstu.ru/userfiles/files/2021/1(101)/03.pdf) (accessed date: 09.11.2021). (in English)
 14. Rabek, Ya. *Experimental methods in polymer chemistry*. P. 1 ; edition V. V. Korshak. – Moscow : Mir, 1983. – 384 p. – Text : direct. (in Russian)
 15. Rabek, Ya. *Experimental methods in polymer chemistry*. P. 2 ; edition V. V. Korshak. – Moscow : Mir, 1983. – 480 p. – Text : direct. (in Russian)

13. Zaichenko, N. M. Poly(ethylene terephthalate) composite material with modified fly ash filler / N. M. Zaichenko, V. V. Nefedov. – Текст : электронный // Magazine of Civil Engineering. – 2021. – Volume 101, № 1. – 10 p. – URL: [https://engstroy-spbstu.ru/userfiles/files/2021/1\(101\)/03.pdf](https://engstroy-spbstu.ru/userfiles/files/2021/1(101)/03.pdf) (дата обращения 09.11.2021).
14. Рабек, Я. Экспериментальные методы в химии полимеров. Ч. 1 / Я. Рабек ; редакция В. В. Коршак. – Москва : Мир, 1983. – 384 с. – Текст : непосредственный.
15. Рабек, Я. Экспериментальные методы в химии полимеров. Ч. 2 / Я. Рабек ; редакция В. В. Коршак. – Москва : Мир, 1983. – 480 с. – Текст : непосредственный.
16. Петухов, Б. В. Полиэфирные волокна / Б. В. Петухов. – Москва : Химия, 1976. – 272 с. – Текст : непосредственный.
17. Study on the Crystallization of Poly(ethylene terephthalate)/SiO₂/TiO₂ Hybrid Nanocomposites by Sol-Gel Method / J. Zhu, X. Qiang, Q. Ren [et. al.]. – Текст : электронный // Asian Journal of Chemistry. – 2013. – Volume 25, № 16. – P. 9174–9178. – URL: https://asianjournalofchemistry.co.in/User/ViewFreeArticle.aspx?ArticleID=-25_17_78 (дата обращения: 10.11.2021).
18. Faraj, M. G. PET as a plastic substrate for the flexible optoelectronic applications / M. G. Faraj, K. Ibrahim, M. K. M. Ali. – Текст : электронный // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications. – 2011. – Volume 5, № 8. – P. 879–882. – URL: <https://oam-rc.inoe.ro/articles/pet-as-a-plastic-substrate-for-the-flexible-optoelectronic-applications/fulltext> (дата обращения: 10.11.2021).
19. Bhat, N. X-ray crystallographic studies of polymeric materials / N. Bhat, R. Deshmukh. – Текст : электронный // Indian Journal of Pure and Applied Physics. – 2002. – Volume 40, № 1. – P. 361–366. – URL: [http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456-789/26172/1/IJPAP%2040\(5\)%20361-366.pdf](http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456-789/26172/1/IJPAP%2040(5)%20361-366.pdf) (дата обращения: 10.11.2021).
20. Molecular Weight and Crystallization Temperature Effects on Poly(ethylene terephthalate) (PET) Homopolymers, an Isothermal Crystallization Analysis / L. Baldenegro-Perez, D. Navarro-Rodriguez, F. J. Medellin-Rodriguez [et. al.]. – Текст : электронный // Polymers. – 2014. – Volume 6, № 2. – P. 583–600. – URL: <https://www.mdpi.com/2073-4360/6/2/583/htm> (дата обращения: 10.11.2021).
21. Kılınc, M. Processing and characterization of poly(ethylene terephthalate) based composites / M. Kılınc. – Текст : электронный // A thesis for the degree of Master of Science in Chemical Engineering submitted to the graduate school of natural and applied sciences of Middle East Technical University, 2004. – 223 p. – URL: <https://etd.lib.metu.edu.tr/upload/12605142/index.pdf> (дата обращения: 10.11.2021).
22. Demirel, B.; Yaraş, A; Elçiçek, H. Crystallization Behavior of PET Materials. – Текст : электронный. – In: *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. – 2011. – Volume 13, № 1. – P. 26–35. – URL: <http://fbed.balikesir.edu.tr/index.php/dergi/article/view/33/25> (accessed date: 10.11.2021). (in English)
23. Lipatov, Yu. S. Physical chemistry of filled polymers. – Moscow : Khimiya, 1977. – 304 p. – Текст : direct. (in Russian)
16. Petukhov, B. V. Polyester fibers. – Moscow : Khimiya, 1976. – 272 p. – Текст : direct. (in Russian)
17. Zhu, J.; Qiang, X.; Ren, Q. [et. al.]. Study on the Crystallization of (Polyethylene terephthalate)/SiO₂/TiO₂ Hybrid Nanocomposites by Sol-Gel Method. – Текст : electronic. – In: *Asian Journal of Chemistry*. – 2013. – Volume 25, № 16. – P. 9174–9178. – URL: https://asianjournalofchemistry.co.in/User/ViewFreeArticle.aspx?ArticleID=-25_17_78 (date of the application: 10.11.2021). (in English)
18. Faraj, M. G.; Ibrahim, K.; Ali, M. K. M. PET as a plastic substrate for the flexible optoelectronic applications. – Текст : electronic. – In: *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications*. – 2011. – Volume 5, № 8. – P. 879–882. – URL: <https://oam-rc.inoe.ro/articles/pet-as-a-plastic-substrate-for-the-flexible-optoelectronic-applications/fulltext> (accessed date: 10.11.2021).
19. Bhat, N.; Deshmukh, R. X-ray crystallographic studies of polymeric materials. – Текст : electronic. – In: *Indian Journal of Pure and Applied Physics*. – 2002. – Volume 40, № 1. – P. 361–366. – URL: [http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456789/26172/1/IJPAP%2040\(5\)%20361-366.pdf](http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456789/26172/1/IJPAP%2040(5)%20361-366.pdf) (date of the application: 10.11.2021). (in English)
20. Baldenegro-Perez, L.; Navarro-Rodriguez, D.; Medellin-Rodriguez, F. J. [et. al.]. Molecular Weight and Crystallization Temperature Effects on (Polyethylene terephthalate) (PET) Homopolymers, an Isothermal Crystallization Analysis. – Текст : electronic. – In: *Polymers*. – 2014. – Volume 6, № 2. – P. 583–600. – URL: <https://www.mdpi.com/2073-4360/6/2/583/htm> (date of the application: 10.11.2021). (in English)
21. Kılınc, M. Processing and characterization of poly(ethylene terephthalate) based composites. – Текст : electronic. – In: *A thesis for the degree of Master of Science in Chemical Engineering submitted to the graduate school of natural and applied sciences of Middle East Technical University*, 2004. – 223 p. – URL: <https://etd.lib.metu.edu.tr/upload/12605142/index.pdf> (accessed date: 10.11.2021). (in English)

22. Demirel, B. Crystallization Behavior of PET Materials / B. Demirel, A. Yaraş, H. Elçiçek. – Текст : электронный // Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitü Dergisi. – 2011. – Volume 13, № 1. – P. 26–35. – URL: <http://fbed.balikesir.edu.tr/index.php/dergi/article/view/33/25> (дата обращения: 10.11.2021).
23. Липатов, Ю. С. Физическая химия наполненных полимеров / Ю. С. Липатов. – Москва : Химия, 1977. – 304 с. – Текст : непосредственный.

Нефедов Владислав Васильевич – кандидат технических наук, доцент кафедры технологий строительных конструкций, изделий и материалов ГОУ ВПО «Донбасская национальная академия строительства и архитектуры». Научные интересы: полимерные композиционные материалы на основе промышленных и твердых бытовых отходов.

Нефедов Владислав Васильович – кандидат технічних наук, доцент кафедри технологій будівельних конструкцій, виробів та матеріалів ДООУ ВПО «Донбаська національна академія будівництва і архітектури». Наукові інтереси: полімерні композиційні матеріали на основі промислових та твердих побутових відходів.

Nefedov Vladislav – Ph. D. (Eng.), Associate Professor, Technologies of Building Structures, Products and Materials Department, Donbas National Academy of Civil Engineering and Architecture. Scientific interests: polymer composite materials based on industrial and municipal solid waste.