

УДК 691.175.002.3

Е.М. ГОТЛИБ, И.Д. ТВЕРДОВ, ХА ТХИ НЬЯ ФЫОНГ, А.Г. СОКОЛОВА

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА
СИНТЕТИЧЕСКОГО ВОЛЛАСТОНИТА
НА БАЗЕ РИСОВОЙ ШЕЛУХИ**

Изучена возможность получения синтетического волластонита. В качестве сырья для его синтеза использованы кремний- и кальцийсодержащие породы, в том числе зола рисовой шелухи, содержащая порядка 90 % кремнезема. С использованием современных высокоинформативных методов исследования оптимизированы параметры и условия синтеза волластонита. Установлено, что содержание β -волластонита в составе синтезированного наполнителя на основе рисовой шелухи значительно возрастает при использовании для его получения оксида кальция вместо его карбоната. Определен оптимальный температурный интервал получения волластонита.

К л ю ч е в ы е с л о в а: волластонит синтетический, ларнит, рисовая шелуха, рентгенографический фазовый анализ, кристалличность, пористость.

DOI 10.32683/0536-1052-2020-743-11-51-62

Введение. Волластонит является эффективным наполнителем полимерных материалов, обеспечивающим высокий уровень их эксплуатационных характеристик [1].

Минерально-сырьевая база природного волластонита ограничена [2]. В ряде стран месторождения этого природного минерала отсутствуют. Поэтому актуально получение синтетического волластонита из кремний- и кальцийсодержащих сырьевых компонентов, запасы которых имеются в мире в достаточном количестве [3].

Для получения синтетического волластонита перспективно использовать твердофазный синтез, наименее энергозатратный и оказывающий меньшую экологическую нагрузку на окружающую среду [4].

Перспективным источником диоксида кремния для синтеза волластонита является зола рисовой шелухи, содержащая порядка 90 % кремнезема [5, 6].

Для получения синтетического волластонита, обеспечивающего высокий модифицирующий эффект в полимерных композициях, необходима оптимизация температурно-временных режимов его синтеза, состава и соотношения компонентов исходной смеси [7].

При этом в качестве кальцийсодержащего компонента может быть использован как оксид, так и карбонат кальция [8, 9].

В связи с этим в данной работе изучено влияние температуры и времени синтеза волластонита на его фазовый состав и степень кристалличности, в зависимости от соотношения диоксида кремния и карбоната или оксида кальция в исходной смеси.

Экспериментальная часть. Исследовались: синтетический волластонит, полученный на основе карбоната или оксида кальция и золы рисовой шелухи при соотношениях этих компонентов от 1,2:1 до 1:1,2 в интервале температур от 800 до 1100 °С в течение от 1 до 3 ч, и для сравнения природный волластонит марки Миволл 10-97 (ТУ 5777-006-40705684–2003).

Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) проводился на многофункциональном дифрактометре Rigaku SmartLab при следующих параметрах съемки: угловой интервал от 30 до 650 с шагом сканирования 0,02, с экспозицией 1 с в точке.

Данные о размерах областей когерентного рассеяния, которые характеризуют степень кристалличности, получены на основе полнопрофильного описания экспериментальной дифрактограммы методом Паули [10] и последующего анализа по общепринятым формулам [11]. Расчет микроструктурных параметров проводился методом Халдера–Вагнера [12].

Площадь удельной поверхности пор определялась по методу БЭТ ISO 9277, объем пор по методу ВЈН на анализаторе площади поверхности и размера пор Nova 1200e ISO 15901-2. Дегазация образца проводилась в течение 3 ч при 150 °С и вакууме 2 Па.

Анализ размера частиц синтетического волластонита проводится методом лазерной дифракции в соответствии с ГОСТ Р 8.777–2011.

Удельная площадь поверхности волластонита оценивалась по адсорбции газа согласно ISO 9277:2010 методом Брунауэра–Эммета–Теллера.

Обсуждение результатов. В связи с тем, что структура получаемого синтетического волластонита определяет эффективность его как наполнителя [4], нами изучен его фазовый состав методом рентгеновской дифракции.

Синтетический волластонит, полученный [13] на основе золы рисовой шелухи и известняка (CaCO_3), при соотношении 1,2:1; 1:1 и 1:1,2 (волластонит 1, 2 и 3 соответственно) содержит следующие компоненты (табл. 1):

1. β -волластонит – химический состав: $\text{Ca}_5.81 \text{ Mn}_{1.19} \text{ Si}_6 \text{ O}_{18}$, с параметрами решетки $a = 7.9258 \text{ \AA}$, $b = 7.3202 \text{ \AA}$, $c = 7.0653 \text{ \AA}$, $\alpha = 90.055^\circ$, $\beta = 95.217^\circ$, $\gamma = 103.426^\circ$, состоящей из одного слоя элементарной ячейки, с триклинной сингонией, Spacegroup No = 2 Hermann Mauguin=C-1 Lattice=Triclinic (database COD 0012176).

2. Волластонит 1А – химический состав: CaSiO_3 , с параметрами решетки $a = 16.3510 \text{ \AA}$, $b = 7.3240 \text{ \AA}$, $c = 15.4240 \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 154.5060^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, состоящей из одного слоя элементарной ячейки, с моноклинной сингонией, Spacegroup No = 14 Hermann Mauguin = P12₁/c1.

Таблица 1. Содержание компонентов в образцах синтезированного волластонита (мас. %)

Компоненты	Волластонит 1	Волластонит 2	Волластонит 3
β -волластонит	20	1	7
Ларнит	2	22	43
Кристобалит	4	0	0
Псевдоволластонит	70	77	38
Волластонит 1А	4	0	11

3. Псевдоволластонит – высокотемпературный диморф волластонита преимущественно искусственного происхождения. У него – сингония моноклинная, содержит в структуре изолированные кольца $(\text{Si}_3\text{O}_9)^{6-}$.

4. Кристобалит – высокотемпературная полиморфная модификация кварца или низкотемпературная тетрагональная псевдокубичная модификация кремнезема координационного строения.

5. Ларнит – островной силикат кальция. Высокотемпературный моноклинный полиморфный аналог кальциооливина, который стабилен в диапазоне температур от 520 до 670 °С.

6. Гроссуляр – минерал, относящийся к группе гранатов, имеющий формулу $\text{Ca}_3\text{Al}_2[\text{SiO}_4]_3$. Встречается в породах в виде изометричных зерен, зернистых агрегатов, иногда радиально-лучистого строения. Обычная форма кристаллов – ромбодекаэдры или тетрагонтриоктаэдры.

Таким образом, максимальное содержание целевого компонента, которым является β -волластонит [14], обнаружено в образце синтетического волластонита с молярным соотношением CaCO_3 и SiO_2 : 1,2:1. Этот образец, как следует из РКФА спектров, представленных на рис. 1, 2, имеет структуру, наиболее близкую к природному волластониту.

Волластонит этого состава представляет наибольший интерес в качестве микроармирующего наполнителя композиционных полимерных материалов, так как содержит большее количество минерала с игольчатой структурой [15].

Следует отметить, что в фазовом составе образца Миволл 10-97 содержание β -волластонита с игольчатой структурой составляет порядка 80 мас. %. Он содержит также кварц (2 мас. %), глинистые минералы (хлорит и мусковит – 9 мас. %) и кальцит (9 мас. %).

Все фазы в исследованных образцах хорошо окристаллизованы, так как пики на дифрактограммах достаточно выражены, что позволило провести полнопрофильный анализ всех образцов и выяснить размер кристаллитов через вычисление области когерентного рассеяния [10].

Размер кристаллитов (т. е. степень кристалличности синтетического волластонита) зависит от соотношения компонентов в исходной смеси и коррелирует с количеством β -волластонита в их составе (см. табл. 1, 2).

Одной из важных характеристик наполнителя, определяющих его взаимодействие с полимерной матрицей, является пористость. Полученные экспериментальные результаты свидетельствуют (рис. 3, табл. 3) о том, что синтетический волластонит с соотношением компонентов 1,2:1 имеет меньший кумулятивный объем пор по сравнению с природным минералом Миволл 10-97.

У него также значительно меньше средний диаметр пор и их удельная поверхность. Кроме того, у природного волластонита преобладает количество пор большого диаметра.

К числу основных характеристик любого наполнителя, в

Т а б л и ц а 2. Размер кристаллитов образцов природного и синтетического волластонита

Наполнитель	Размер кристаллитов, нм
Волластонит 1	4340
Волластонит 2	810
Волластонит 3	2820
Миволл 10-97	5850

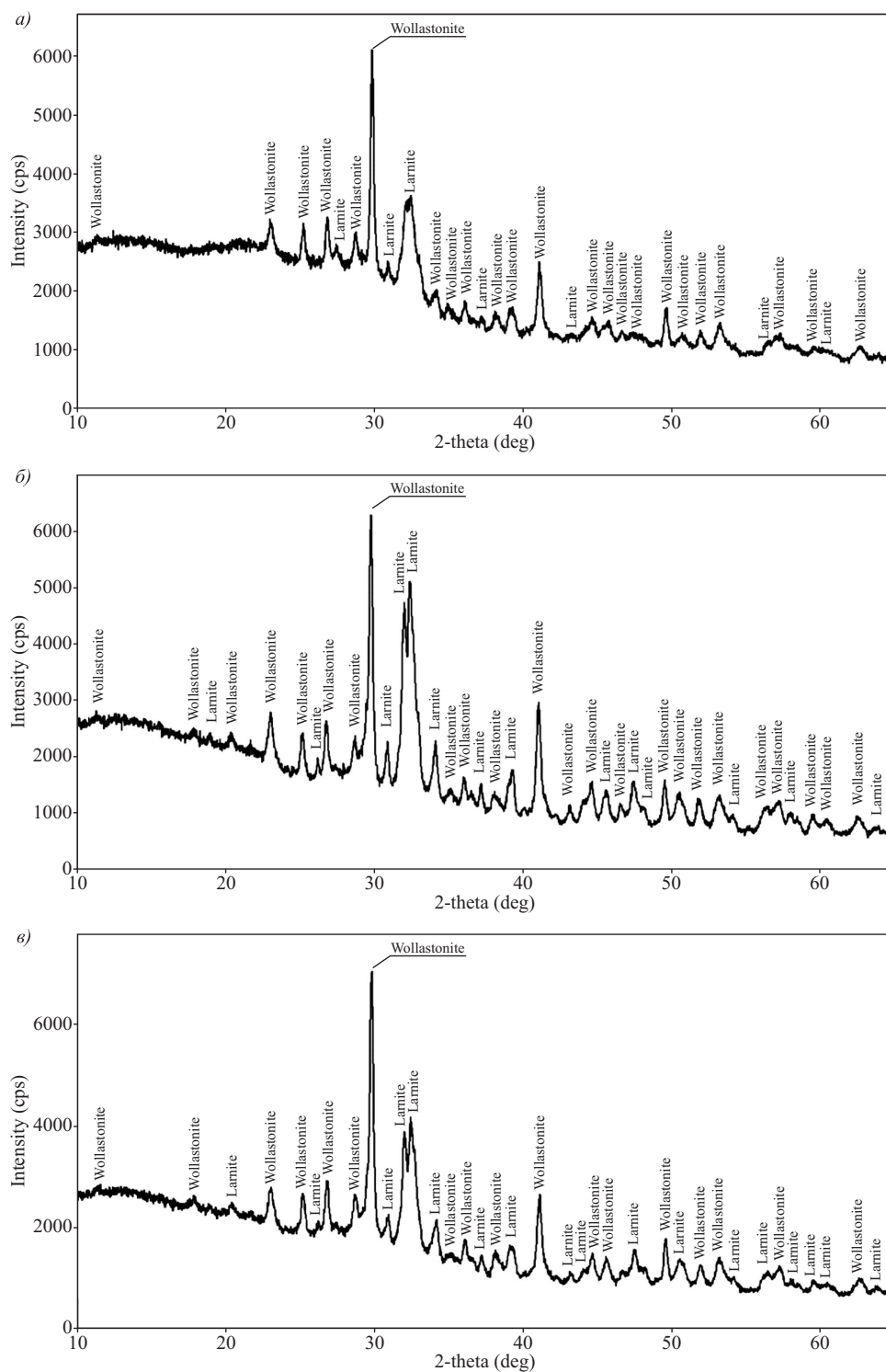


Рис. 1. РКФА спектра образца наполнителя с молярным соотношением CaCO₃ и SiO₂: 1:1,2 (а); 1,2:1 (б) и 1:1 (в)

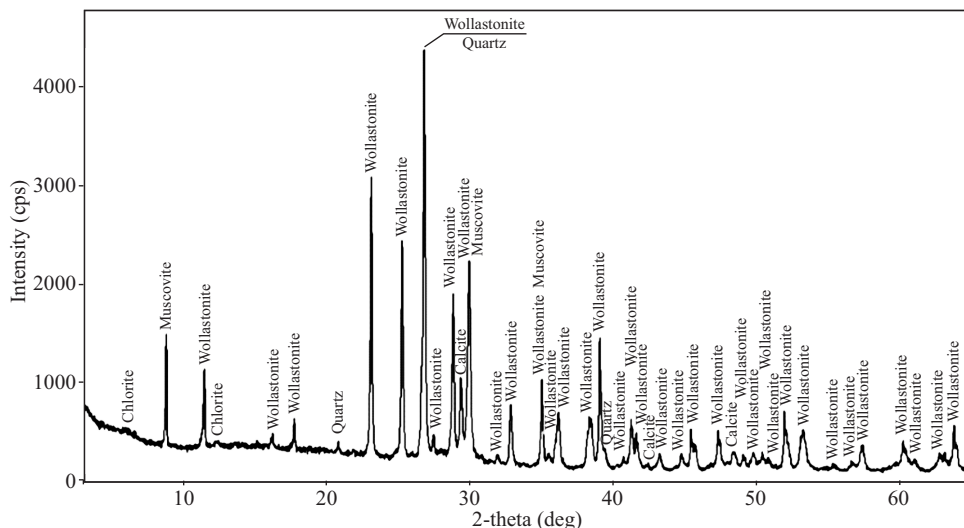


Рис. 2. РКФА спектра природного образца волластонита Миволл 10-97

том числе и волластонита, относятся также размер частиц, их форма и химический состав поверхности [16].

Согласно полученным экспериментальным результатам [17], наименьший средний размер частиц имеет образец синтетического волластонита с молярным отношением CaCO_3 и SiO_2 1,2:1, а наибольший – наполнитель, полученный при соотношении этих компонентов 1:1 (табл. 4).

С ростом содержания диоксида кремния в волластоните удельная площадь поверхности его частиц закономерно растет, а средний размер их проходит через максимум.

Анализ экспериментальных данных [17], представленных на рис. 4, показывает, что количество мелких частиц (с размером 0,1–1 мкм) синтетическо-

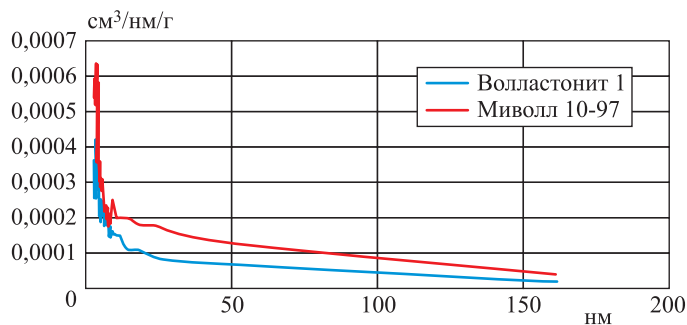


Рис. 3. Дифференциальные кривые распределения пор по размерам

Таблица 3. Характеристики пористости природного и синтетического волластонита

Наполнитель	Удельная поверхность по БЭТ, м ² /г	Общий объем пор по ВЖН, см ³ /г	Средний диаметр пор по ВЖН, нм
Волластонит 1	2,261	0,011	3,674
Миволл 10-97	3,869	0,018	3,492

Таблица 4. Средний размер частиц и удельная площадь поверхности синтетического волластонита с различным молярным отношением CaCO_3 и SiO_2

Образец	Средний размер частиц, мкм	Удельная площадь поверхности частиц, $\text{см}^2/\text{см}^3$
Волластонит 1	9,92	75682
Волластонит 2	13,46	82034
Волластонит 3	10,27	85087

го волластонита практически не зависит от соотношения CaCO_3 и SiO_2 в его составе.

Наибольшие отличия в характере кривых распределения частиц по размерам наблюдаются для синтетического волластонита с равным молярным соотношением карбоната кальция и диоксида кремния (рис. 4). У этого образца наполнителя более высокое содержание частиц с самыми большими размерами 40–100 мкм.

У волластонита с большим содержанием в составе CaCO_3 более высокая доля частиц со средними для полученных образцов размерами 5–30 мкм.

Небольшое количество или практическое отсутствие β -волластонита в составе синтезированного наполнителя (см. табл. 1) свидетельствует о неоптимальных технологических режимах или типах сырья для его получения.

Поэтому в дальнейшем, основываясь на данных работ [7, 8, 18, 19], использовали в качестве исходного компонента вместо карбоната кальция его оксид и получали волластонит по схеме: $\text{SiO}_2 + \text{CaO} \rightarrow \text{CaSiO}_3$. Для получения оксида кальция предварительно прогревали его карбонат 3 ч при 900°C ($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$).

В табл. 5 представлен фазовый состав образцов синтетического волластонита, полученного взаимодействием оксида кальция и диоксида кремния при различных температурах и соотношениях этих компонентов.

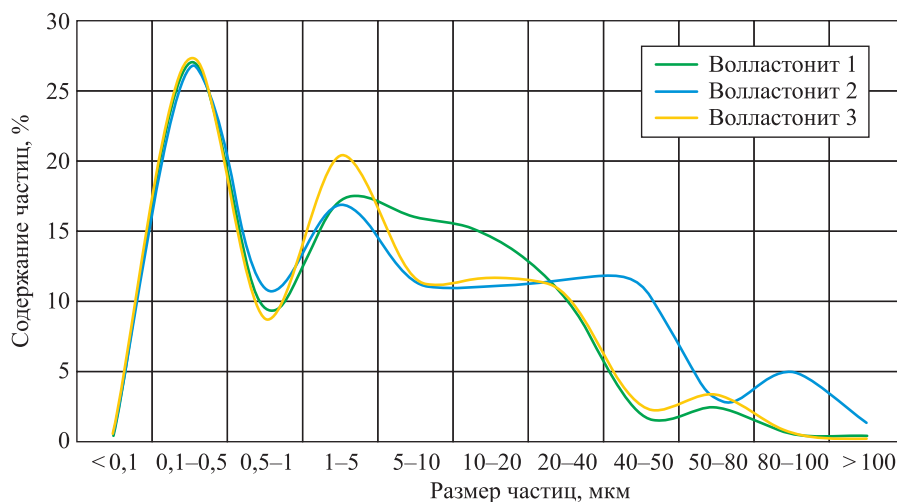


Рис. 4. Кривые распределения по размерам частиц синтетического волластонита с разным молярным соотношением карбоната кальция и оксида кремния

Таблица 5. Фазовый состав, по данным РФСА, синтетического волластонита, полученного при разных соотношениях CaO:SiO₂ и различных температурах в течение 3 ч, %

Соотношение CaO:SiO ₂	1,2:1		1:1		1:1,2	
	β-волластонит	ларнит	β-волластонит	ларнит	β-волластонит	ларнит
Температура синтеза, °С						
800	75	25	76	24	78	22
850	74	26	75	25	79	21
900	77	23	74	26	70	30
950	75	25	70	30	68	32
1000	56	44	59	41	66	34
1050	57	43	57	43	63	37
1100	58	42	44	56	62	38

Полученный синтетический волластонит независимо от температуры синтеза и соотношения диоксида кремния и оксида кальция в его составе содержит преимущественно β-волластонит.

Таким образом, использование оксида кальция вместо его карбоната значительно влияет на фазовый состав синтетического волластонита, существенно увеличивая содержание в нем β-волластонита, независимо от соотношения кальций- и кремнийсодержащих компонентов в исходной смеси.

Содержание этого целевого компонента в синтезированном с использованием оксида кальция волластоните примерно на уровне природного Ми-волла 10-97.

В качестве примеси в составе синтезированного на основе рисовой шелухи наполнителя обнаружен ларнит.

В отличие от волластонита, который имеет цепочную структуру, ларнит является островным силикатом, поэтому он не может обеспечивать такого модифицирующего эффекта, как наполнители с анизодиаметричной формой частиц [1]. Вследствие этого содержание ларнита в составе синтетического волластонита желательнее минимизировать.

Представленные в табл. 5 результаты свидетельствуют о том, что максимальное содержание в составе синтезированного наполнителя β-волластонита, который является целевым компонентом [1], достигается при температуре процесса не выше 900–950 °С. Учитывая энергоемкость твердофазного синтеза волластонита, оптимальной можно считать температуру этого процесса 800–900 °С.

Интересно отметить, что при избытке диоксида кремния в исходной смеси содержание β-волластонита в со-

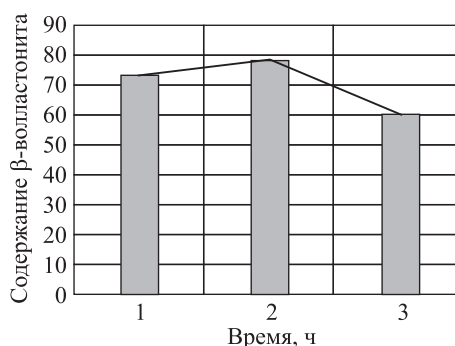


Рис. 5. Зависимость содержания β-волластонита от времени синтеза наполнителя с соотношением CaO:SiO₂ 1,2:1

стае наполнителя в меньшей степени зависит от температуры синтеза, чем при избытке оксида кальция. Соотношение диоксида кремния и оксида кальция в исходной смеси при оптимальных температурах синтеза незначительно влияет на количество β -волластонита в составе получаемого наполнителя (табл. 5).

Влияние времени синтеза на фазовый состав полученного наполнителя также несущественно зависит от соотношения компонентов в исходной смеси. Оптимальной является продолжительность этого процесса 2 ч (рис. 5).

Представленные в табл. 6 результаты свидетельствуют о том, что высокая степень кристалличности (размер кристаллитов) достигается при температурах синтеза волластонита 850–950 °С. Они, очевидно, и являются оптимальными, так как примерно в этом же температурном интервале наблюдается и большее содержание β -волластонита в составе полученного наполнителя.

Таблица 6. Кристалличность синтетического волластонита с соотношением $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ 1,2:1, в зависимости от температуры синтеза

Температура синтеза, °С	Характеристики кристалличности	β -волластонит P-1 (2), American DataBase Structure, RIR = 0.89	Larnite, P-1 21/n (14), American DataBase Structure, RIR = 0.78
800	Размер кристаллитов, нм	1170 ± 5	1170 ± 4
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.947 b = 7.333 c = 7.046	a = 5.508 b = 6.770 c = 9.289
850	Размер кристаллитов	3260 ± 25	1990 ± 16
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.940 b = 7.341 c = 7.045	a = 5.513 b = 6.758 c = 9.315
900	Размер кристаллитов	2790 ± 38	2540 ± 36
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.948 b = 7.333 c = 7.075	a = 5.513 b = 6.762 c = 9.306
950	Размер кристаллитов	2520 ± 30	1970 ± 17
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.934 b = 7.328 c = 7.062	a = 5.508 b = 6.762 c = 9.311
1000	Размер кристаллитов	2010 ± 16	1950 ± 21
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.932 b = 7.333 c = 7.061	a = 5.502 b = 6.753 c = 9.292
1050	Размер кристаллитов	1750 ± 12	1170 ± 4
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.948 b = 7.333 c = 7.075	a = 5.513 b = 6.762 c = 9.306
1100	Размер кристаллитов	1480 ± 9	2460 ± 24
	Уточненные параметры кристаллической решетки, Å	a = 7.937 b = 7.330 c = 7.066	a = 5.514 b = 6.763 c = 9.322

Обращает внимание значительно больший размер кристаллитов природного минерала Миволл 10-97, а также синтетического наполнителя, полученного при соотношении CaCO_3 и SiO_2 1,2:1 (см. табл. 2).

Таким образом, использование оксида кальция вместо его карбоната оказывает существенное влияние и на кристаллическую решетку получаемого наполнителя.

Закключение. Содержание β -волластонита в составе синтетического силиката кальция на основе рисовой шелухи значительно возрастает при использовании для его получения оксида кальция вместо его карбоната. При этом содержание целевого компонента в синтезированном волластоните примерно на уровне природного Миволла 10-97.

Оптимальным температурным интервалом получения синтетического волластонита является 850–950 °С, независимо от соотношения диоксида кремния и оксида кальция в составе исходной смеси.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Готлиб Е.М., Кожевников Р.В., Садыкова Д.Ф., Хасанова А.Р., Галимов Э.Р., Ямалева Е.С. Волластонит – эффективный наполнитель резин и композиционных материалов на основе линейных и сетчатых полимеров. Монография. М.: Lambert Publishing, 2017. 161 с.
2. Афанасьева Н.И., Зорина С.О., Пермяков Е.Н., Самигуллин Р.Р. Карбонатные и кремнистые породы Среднего Поволжья – минерально-сырьевая база для производства синтетического волластонита // Разведка и охрана недр. 2010. № 8. С. 14–19.
3. Акатьева Л.В. Развитие химико-технологических основ процессов переработки сырья для получения силикатов кальция и композиционных материалов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2014. 15 с.
4. Гулая Ю.В., Дворнищин А.А., Лим Л.А. Перспективы применения отходов сельскохозяйственных культур в производстве полимерных композитов // Молодой ученый. 2017. № 21. С. 27–30.
5. Сорока П.И. и др. Физико-химические основы процесса получения диоксида кремния из рисовой шелухи // Вестн. НТУ «ХПИ». 2010. № 10. С. 124–134.
6. Muslim N., Hamzah A., Al-kawaz A. Study of mechanical properties of wollastonite filled epoxy functionally graded composite // Int. Journal of Mech. Engin. and Technology. 2018. Vol. 9. Iss. 8. P. 669–677.
7. Hamisah Ismail, Roslinda Shamsudin, Muhammad Azmi, Abdul Hamid, Azman Jalar. Synthesis and Characterization of Nano-Wollastonite from Rice Husk Ash and Limestone // Materials Science Forum. 2013. Vol. 756. P. 43–47.
8. Бишимбаев В.К., Худякова Т.М. Физико-химические особенности кристаллизации в фосфорношлаковых шихтах при получении синтетического волластонита // Изв. вузов. Химия и химическая технология. 2012. № 8.
9. Hubbard C.R., Evans E.H., Smith D.K. The reference intensity ratio, I/I_c , for computer simulated powder patterns // J. Appl. Crystallogr. 1976. Vol. 9. P. 169–174.
10. Pawley G.S. Unit-Cell Refinement From Powder Diffraction Scans // J. Appl. Crystallogr. 1981. Vol. 14. P. 357–361.
11. Klug P.H., Alexander E.L. X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials. New York: John Wiley & Sons, Inc. 1974. 992 p.
12. Готлиб Е.М., Ха Т.Н.Ф. Получение синтетического волластонита на основе рисовой шелухи // Вестн. технологического университета. 2019. Т. 22. № 7. С. 42–46.

13. *Tverdov I., Gotlib E., Ha Thi Nha Phuong, Sokolova A., Islamova G.* The impact of crystallite size of naturally occurring and synthetic wollastonite on its modifying effect in epoxy coatings // Proceedings of the XXIII International Scientific Conference FORM 2020. Journal IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2020. Vol. 869.
14. *Тюльнин В.А., Ткач В.Р., Эйрих В.И.* Волластонит – уникальное минеральное сырье многоцелевого назначения. М.: Руда и металлы, 2003. 144 с.
15. *Коробецикова Т.С., Орлова Н.А.* Исследование гранулометрического состава волластонита Синюхинского месторождения и его влияние на свойства наполненных полимерных композиций // Лакокрасочные материалы и их применение. 2010. № 5. С. 26–29.
16. *Готлиб Е.М., Ха Тхи Нья Фьонг, Исламова Г.Г., Ямалева Е.С., Лыгина Т.З.* Получение наполнителей эпоксидных материалов на основе рисовой шелухи // Полимеры в строительстве: научный Интернет-журнал. 2019. Т. 7. № 1. С. 26–35.
17. *Chen S., Zhou X., Zhang S., Li B., Zhang T.* Low temperature preparation of the β -CaSiO₃ ceramics based on the system CaO – SiO₂ – BaO – B₂O₃ // Journal of alloys and compounds. 2010. Vol. 505. No. 2. P. 613–618.
18. *Yazdani A., Rezaie H.R., Ghassai H.* Investigation of hydrothermal synthesis of wollastonite using silica and nano silica at different pressures // J. Ceram. Process. Res. 2010. Vol. 11. No. 3. P. 348–353.
19. *Pham T.K., Tran T.T.L., Pham T.L.T, Tran P.Q.N., Nguyen H.T., Abdullah M.M.A.B.* A Novel Study on Using Vietnam Rice Hush Ash and Cullet as Environmental Materials // MATEC Web of Conferences 97, 2017.

Готлиб Елена Михайловна, д-р техн. наук, проф.;

E-mail: egotlib@yandex.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Твердов Илья Дмитриевич, инж.; E-mail: idtverdov@gmail.com

Комплексная лаборатория «НаноАналитика» ФГБОУ ВО «КНИТУ», г. Казань

Ха Тхи Нья Фьонг, асп.; E-mail: phuonghtn@vui.edu.vn

Viet Tri University of Industry, Tien Kien, Phu Tho, Vietnam

Соколова Алла Германовна, канд. техн. наук, доц.; E-mail: SokolovaAG@mgsu.ru

Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет

Получено 19.10.2020

Gotlib Elena Mikhaylovna, DSc, Professor; E-mail: egotlib@yandex.ru

Kazan National Research Technological University, Russia

Tverdov Ilya Dmitrievich, Engineer; E-mail: idtverdov@gmail.com

Integrated laboratory of «NanoAnalytic» in «KNRTU», Kazan, Russia

Ha Thi Nha Phuong, Post-graduate Student; E-mail: phuonghtn@vui.edu.vn

Viet Tri University of Industry, Tien Kien, Phu Tho, Vietnam

Sokolova Alla Germanovna, PhD, Ass. Professor; E-mail: SokolovaAG@mgsu.ru

National Research Moscow State University of Civil Engineering, Russia

PHASE COMPOSITION AND PROPERTIES OF SYNTHETIC WOLLASTONITE BASED ON RICE HULL

Wollastonite is an effective filler for polymeric materials, providing a high level of their performance. However, the raw material base of this natural mineral does not fully cover the needs of various industries. Therefore, it is relevant to obtain synthetic wollastonite from silicon and calcium-containing raw materials, the reserves of which are available

in the world in sufficient quantities. A promising source of silicon dioxide for the synthesis of wollastonite is rice husk ash, which contains about 90 % of silica. In this work, the effect of the temperature and time of its synthesis, as well as the composition of the initial mixture, on the phase composition and degree of crystallinity of wollastonite is studied. It has been established that the content of β -wollastonite in the composition of the synthesized filler based on rice husk increases significantly when calcium oxide is used for its production, instead of its carbonate. At the same time, it is approximately at the level of the natural Mivoll 10-97. Larnite is contained in synthetic wollastonite as an impurity. The optimal temperature range for obtaining this filler is 800–900 °C, regardless of the ratio of silicon dioxide and calcium oxide in the initial mixture.

Key words: synthetic wollastonite, larnite, rice husk, X-ray phase analysis, crystallinity, porosity.

REFERENCES

1. *Gotlib E.M., Kozhevnikov R.V., Sadykova D.F., Khasanova A.R., Galimov E.R., Yamaleeva E.S.* Wollastonit – effektivnyy napolnitel' rezin i kompozitsionnykh materialov na osnove lineynykh i setchatykh polimerov. Monografiya [Wollastonite is an effective filler for rubbers and composite materials based on linear and reticulated polymers. Monograph]. Moscow, Lambert Publishing, 2017. 161 p. (in Russian)
2. *Afanas'eva N.I., Zorina S.O., Permyakov E.N., Samigullin R.R.* Karbonatnyye i kremnistyye porody Srednego Povolzh'ya – mineral'no-syr'yevaya baza dlya proizvodstva sinteticheskogo wollastonita [Carbonate and siliceous rocks of the middle Volga region – a mineral resource base for the production of synthetic wollastonite]. Razvedka i okhrana nedr [Exploration and protection of mineral resources]. 2010. No. 8. Pp. 14–19. (in Russian)
3. *Akat'eva L.V.* Razvitiye khimiko-tekhnologicheskikh osnov protsessov pererabotki syr'ya dlya polucheniya silikatov kal'tsiya i kompozitsionnykh materialov: avtoref. dis. ... kand. tekhn. nauk [The development of chemical and technological foundations for the processing of raw materials for the production of calcium silicates and composite materials: author. diss. ... PhD]. Moscow, 2014. 15 p. (in Russian)
4. *Gulaya Yu.V., Dvornitsin A.A., Lim L.A.* Perspektivy primeneniya otkhodov sel'skokhozyaystvennykh kul'tur v proizvodstve polimernykh kompozitov [Prospects for the use of agricultural waste in the production of polymer composites]. Molodoy uchenyy [Young scientist]. 2017. No. 21. Pp. 27–30. (in Russian)
5. *Soroka P.I. et al.* Fiziko-khimicheskiye osnovy protsessa polucheniya dioksida kremniya iz risovoy shelukhi [Physico-chemical foundations of the process of obtaining silicon dioxide from rice husk]. Vestnik NTU «KhPI» [Bulletin of the national technical university «KhPI»]. 2010. No. 10. Pp. 124–134. (in Russian)
6. *Muslim N., Hamzah A., Al-kawaz A.* Study of mechanical properties of wollastonite filled epoxy functionally graded composite. Int. Journal of Mech. Engin. and Technology. 2018. Vol. 9. Iss. 8. Pp. 669–677.
7. *Hamisah Ismail, Roslinda Shamsudin, Muhammad Azmi, Abdul Hamid, Azman Jalar.* Synthesis and Characterization of Nano-Wollastonite from Rice Husk Ash and Limestone. Materials Science Forum. 2013. Vol. 756. Pp. 43–47.
8. *Bishimbaev V.K., Khudyakova T.M.* Fiziko-khimicheskiye osobennosti kristallizatsii v fosfornoshlakovykh shikhtakh pri poluchenii sinteticheskogo wollastonita [Physicochemical features of crystallization in phosphoric-slag charges in the production of synthetic wollastonite]. Izvestiya vuzov. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya [Proceedings of higher educational institutions. Chemistry and chemical technology]. 2012. No. 8. (in Russian)

9. Hubbard C.R., Evans E.H., Smith D.K. The reference intensity ratio, I/I_c , for computer simulated powder patterns. *J. Appl. Crystallogr.* 1976. Vol. 9. Pp. 169–174.
10. Pawley G.S. Unit-Cell Refinement From Powder Diffraction Scans. *J. Appl. Crystallogr.* 1981. Vol. 14. Pp. 357–361.
11. Klug P.H., Alexander E.L. X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials. New York, John Wiley & Sons, Inc. 1974. 992 p.
12. Gotlib E.M., Ha T.N.P. Polucheniye sinteticheskogo wollastonita na osnove risovoy shelukhi [Obtaining synthetic wollastonite based on rice husk]. *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta [Bulletin of Technological University]*. 2019. Vol. 22. No. 7. Pp. 42–46. (in Russian)
13. Tverдов I., Gotlib E., Ha Thi Nha Phuong, Sokolova A., Islamova G. The impact of crystallite size of naturally occurring and synthetic wollastonite on its modifying effect in epoxy coatings. *Proceedings of the XXIII International Scientific Conference FORM 2020. Journal IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 2020. Vol. 869.
14. Tyul'nin V.A., Tkach V.R., Eyrikh V.I. Wollastonit – unikal'noye mineral'noye syr'ye mnogotselevogo naznacheniya [Wollastonite is a unique multi-purpose mineral raw material]. Moscow, Ore and Metals, 2003. 144 p. (in Russian)
15. Korobshchikova T.S., Orlova N.A. Issledovaniye granulometricheskogo sostava wollastonita Sinyukhinskogo mestorozhdeniya i yego vliyaniye na svoystva napolnennykh polimernykh kompozitsiy [Investigation of the granulometric composition of wollastonite of the Sinyukhinsky deposit and its influence on the properties of filled polymer compositions]. *Lakokrasochnyye materialy i ikh primeneniye [Paints and varnishes and their application]*. 2010. No. 5. Pp. 26–29. (in Russian)
16. Gotlib E.M., Ha Thi Nha Phuong, Islamova G.G., Yamaleeva E.S., Lygina T.Z. Polucheniye napolniteley epoksidnykh materialov na osnove risovoy shelukhi [Obtaining fillers of epoxy materials based on rice husk]. *Polimery v stroitel'stve: nauchnyy Internet-zhurnal [Polymers in construction: scientific Internet journal]*. 2019. Vol. 7. No. 1. Pp. 26–35. (in Russian)
17. Chen S., Zhou X., Zhang S., Li B., Zhang T. Low temperature preparation of the β -CaSiO₃ ceramics based on the system CaO – SiO₂ – BaO – B₂O₃. *Journal of alloys and compounds*. 2010. Vol. 505. No. 2. Pp. 613–618.
18. Yazdani A., Rezaie H.R., Ghassai H. Investigation of hydrothermal synthesis of wollastonite using silica and nano silica at different pressures. *J. Ceram. Process. Res.* 2010. Vol. 11. No. 3. Pp. 348–353.
19. Pham T.K., Tran T.T.L., Pham T.L.T., Tran P.Q.N., Nguyen H.T., Abdullah M.M.A.B. A Novel Study on Using Vietnam Rice Husk Ash and Cullet as Environmental Materials. *MATEC Web of Conferences* 97, 2017.