К. х. н. **М. Х. Руми** (🖾), **Э. М. Уразаева**, к. т. н. **Ш. Р. Нурматов**, **Ш. К. Ирматова**, **М. А. Зуфаров**, к. т. н. **Ш. А. Файзиев**, **Э. П. Мансурова**

Институт материаловедения НПО «Физика–Солнце» АН Республики Узбекистан, Ташкент, Республика Узбекистан

УДК 691.278:662.998-4].017:620.18

СТРУКТУРНЫЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВСПУЧЕННОГО ВЕРМИКУЛИТА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИИ

Изучено влияние структуры, минерального и фракционного составов вспученного вермикулита, полученного из концентрата с нерегулярной структурой флогопит / вермикулит, а также способа формования на свойства керамовермикулита. Показано, что цвет материала может являться индикатором разной степени вермикулитизации и дегидратации гидрофлогопита. Термообработка вермикулитового концентрата на производстве при 1000 °С недостаточна для данного вида слюды. С использованием добавок огнеупорной глины получены образцы керамовермикулита плотностью 880-1120 кг/м³ с пределом прочности при сжатии 0,54-0,91 МПа (полусухое прессование) и плотностью 530-620 кг/м³ с пределом прочности при сжатии 0,21-0,45 МПа (пластическое формование).

Ключевые слова: керамовермикулит, флогопит, вермикулит, вспучивание, дифрактограмма, ИК-спектр, элементный состав.

введение

Вспученный вермикулит широко использует-ся в промышленности в виде как сыпучего заполнителя, так и пористого наполнителя в составе огнезащитных масс и теплоизоляционных изделий [1, 2]. Особенно важно качество вспученного продукта при его использовании для производства керамовермикулита. Известно, что вермикулит — слоистый минерал из группы гидрослюд, образующийся в результате метаморфизма биотит-гидробиотит-вермикулит и флогопит-гидрофлогопит-вермикулит [3]. Вспучивание вермикулита происходит в результате химического или самого распространенного — термического воздействия, когда в процессе быстрого нагрева при высоких температурах происходит превращение межслойной воды в пар [4]. При этом сырой вермикулит проходит через ряд структурных превращений, которые приводят к разложению вермикулита до талька и далее до энстатита Mg₂Si₂O₆ [5, 6]. Авторы публикации [7] на основании физико-химических исследований вспученного вермикулита и изучения его поведения при нагревании уста-

> ⊠ M. X. Руми E-mail: marinarumi@yandex.ru

новили, что для производства теплоизоляционных керамовермикулитовых изделий необходимо использовать вермикулит, обожженный до структуры тальковой фазы. В случае недожога вермикулит способен регидратироваться при хранении и вторично довспучиваться при обжиге изделий, что, естественно, влечет за собой разрушение материала.

Однако в большинстве случаев исходное сырье не является истинным вермикулитом и представляет собой смешанно-слоистые структуры с разной степенью регулярности. При этом часть слоев или вкраплений могут представлять собой как чистый вермикулит, так и слои флогопита, биотита либо хлорита, в структуре которых в межслойном пространстве могут находиться обменные катионы как калия, так и кальция. Для такого вида сырья, содержащего незначительное количество межслойной воды, вспучивание обеспечивается также накоплением промежуточных фаз, характеризующихся разным межплоскостным расстоянием [5]. Можно предположить, что в смешанно-слоистых слюдах неоднородного химического состава характер фазообразования при термообработке является более сложным. Об этом свидетельствуют результаты многочисленных исследований, согласно которым возможно образование таких соединений, как форстерит, лейцит, энстатит, гематит, шпинель [8-10], энстатит и флогопит [11], гидробиотит и биотит [12]. Авторы публикации [13] полагают, что степень вспучивания и фазообразование в его процессе определяются совокупностью ряда факторов, в том числе количеством примесей в исходном материале.

При анализе литературных данных следует иметь в виду, что термин «вермикулит» широко применяется как общее коммерческое название вспученного продукта независимо от степени завершенности метаморфизма исходного сырья — как для чистого вермикулита, так и для смешанно-слоистых слюд. При изложении результатов исследований авторы также будут употреблять термин «вспученный вермикулит» применительно к продукту промышленной переработки сырья Тебинбулакского месторождения Узбекистана. При этом такая формулировка не отражает реальные фазовый состав и структуру изучаемого материала. Интерес к изучению данного вида сырья был обусловлен сложностью и неоднородностью его химического и минерального составов [14, 15]. Результаты исследований последних лет достаточно фрагментарны и в большей степени посвящены его использованию в составе огнезащитных масс [16]. Вместе с тем усиливающийся интерес к производству в стране формованных теплоизоляционных изделий приводит к необходимости более детального изучения химического состава, характера фазообразования и морфологии вспученных частиц, а также их возможного влияния на процесс изготовления изделий и их свойства.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследования проводили на коммерческом вспученном вермикулите, полученном в процессе термического воздействия при 1000 °С на вермикулитовый концентрат Тебинбулакского месторождения.

На сканирующем электронном микроскопе (SEM) EVO MA 10 с устройством для локального рентгеновского микроанализа Inca Energy (Oxford Instruments) был проведен анализ элементного состава и микроструктуры. Инфракрасные спектры были получены с использованием спектрометра с Фурье-преобразованием Nicolet iS50 фирмы Thermo Scientific в диапазоне 400-4000 см⁻¹. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре Empyrean Malvern Panalytical с использованием Cu K_α-излучения. Технические характеристики керамических образцов определяли по стандартным методикам.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Состав и структура вспученного вермикулита

При визуальном осмотре вспученного вермикулита отмечены различия, выраженные в изменении цвета и степени эксфолиации для частиц одного и того же фракционного состава. Часть частиц имеет равномерную золотистую окраску и характеризуется более сильным расщеплением на тонкие слои (рис. 1). В то же время присутствуют частицы с менее расщепленной структурой с преобладающим черно-коричневым (далее — черным) цветом с золотистым отливом. В частицах черного цвета толщина достаточно твердого слоя составляет 5–30 мкм. В частицах золотистого цвета толщина слоя значительно меньше (1,5–10 мкм), причем сами слои более рыхлые.

Анализ микроструктуры и элементного состава проводили на образцах вспученного вермикулита: на поверхности пластин золотистого и черного цветов, а также на поверхности и краях слоев вспученной частицы. На рис. 2 показаны СЭМ-снимки, иллюстрирующие различия в морфологии поверхности обеих пластин.

Видно, что поверхность золотистой пластины покрыта мелкими чешуйками размерами от 40 мкм и выше, в то время как у черной пла-



Рис. 1. Частицы вспученного вермикулита



Рис. 2. Микроструктура пластин вспученного вермикулита: *а* — золотистая; *б*, *в* — черная

80

стины поверхность более гладкая. Только на отдельных участках наблюдается волнистость либо тонкая линия, свидетельствующая о начинающемся процессе отслаивания более крупных чешуек. Отмеченные различия указывают на большее вспучивание золотистой пластины.

Проведенные нами ранее исследования показали, что вермикулитовый концентрат, который применяется при производстве вспученного вермикулита, представляет собой гидрофлогопит — смешанно-слоистый материал флогопит / вермикулит с нерегулярной структурой. Пифрактограммы всех изученных образцов вспученного материала в целом имеют общий набор основных рефлексов (рис. 3), соответствующих гидрофлогопиту с различиями в базальных межплоскостных расстояниях (табл. 1). Видно, что при переходе исходный концентрат → вспученный вермикулит черный → вспученный вермикулит золотистый происходит сдвиг базальных рефлексов в сторону больших углов (меньших межплоскостных расстояний). Образец смешанного состава (смесь мелких пластин разного цвета) имеет набор рефлексов, положение которых является промежуточным между золотистым и черным образцами. Полученные результаты подтверждают мнение [13] о зависимости фазообразования от чистоты исходного сырья, согласно которому только чистейшие вермикулиты при 1000 °C переходят в энстатит.



Рис. 3. Дифрактограмма вспученного вермикулита (общий вид)

Таблица 1. Положение базальных рефлексов (d, Å) для разных образцов вермикулита

Исуолиций		Вспученный вермикулит				
hkl	концентрат	черная	золотистая	смешанный		
	nongompui	пластина пластина		состав		
001	10,10	10,09	9,86	10,01		
002	5,07	5,06	4,98	5,01		
003	3,37	3,38	3,33	3,34		
004	2,53	2,53	2,50	2,51		
005	2,02	2,02	2,00	2,00		
006	1,68	1,68	1,67	1,67		
007	1,44	1,44	1,43	1,43		

В табл. 2 приведены результаты электронномикрозондового анализа элементного состава разных участков пластин черного и золотистого цвета (см. рис. 2, *a*, *в*), а также усредненный состав по данным десяти спектров.

таолица 2. Результаты электроппо-микрозопдового апализа золотистой и черной пластип вермикулита								
	Золотистая пластина (см. рис. 2, а)			Черная пластина (см. рис. 2, в)				
оксид, мас. %	спектр 36	спектр 37	спектр 45	усредненный состав*1	спектр 46	спектр 57	спектр 50	усреднен- ный состав*1
Na / Na ₂ O	0,58 / 0,78	_	_	_	_	_	_	_
Mg / MgO	12,39 / 20,54	11,89 / 19,71	12,56 / 20,82	12,14 / 20,13	11,14 / 18,47	12,53 / 20,77	10,34 / 17,14	11,1 / 18,40
Al / Al ₂ O ₃	9,11 / 17,18	9,13 / 17,25	9,29 / 17,55	9,04 / 17,08	9,57 / 18,08	9,21 / 17,40	9,29 / 17,55	9,17 / 17,32
Si / SiO ₂	18,58 / 39,74	18,13 / 38,78	18,59 / 39,76	18,04 / 38,59	17,96 / 38,42	18,15 / 38,82	17,52 / 37,48	17,6/37,65
K / K ₂ O	7,82 / 9,42	7,67 / 9,24	7,33 / 8,83	7,44 / 8,97	8,32 / 10,03	7,82 / 9,42	7,87 / 9,48	7,83 / 9,44
Ti / TiO ₂	1,44 / 2,4	1,2 / 2,00	1,29 / 2,15	1,34 / 2,23	1,27 / 2,12	1,54 / 2,57	1,12 / 1,87	1,47 / 2,45
Fe / FeO	7,77 / 9,99	8,38 / 10,78	8,25 / 10,61	8,14 / 10,47	8,39 / 10,79	8,27 / 10,64	9,99 / 12,85	8,98 / 11,55
0	43,31	43,6	43,85	43,59	43,35	42,49	43,87	43,85
Σ	100 / 100	100/97,76	100/99,73	99,73 / 97,46	100/97,9	100 / 99,62	100 / 96,36	100 / 96,81
Структурные формулы флогопита по результатам микрозондового анализа (расчет на 22 атома кислорода)*2							лорода)*2	
Si	5,49	5,49	5,49	5,46	5,46	5,40	5,46	5,42
Al	2,51	2,51	2,51	2,54	2,54	2,60	2,54	2,58
Σ_{Tetp}	8	8	8	8	8	8	8	8
Mg	4,23	4,14	4,20	4,20	3,91	4,24	3,72	3,95
Ti	0,25	0,21	0,22	0,24	0,23	0,27	0,20	0,27
Fe ⁺²	1,16	1,28	1,23	1,24	1,28	1,24	1,56	1,39
Alokt	0,29	0,37	0,35	0,32	0,48	0,25	0,47	0,37
Mg	_	-0,02	-0,08	-0,06	_	-0,07	_	_
Σοκτ	5,92	6	6	6	5,90	6	5,95	5,97
K	1,66	1,67	1,56	1,62	1,82	1,67	1,76	1,73
Na	0,21	_	_	_	_	_	_	_
Mg	-	0,02	0,08	0,06	-	0,07	-	-
Σмежслойные	1,87	1,69	1,64	1,68	1,82	1,74	1,76	1,73
Заряд +	43,79	44	44	44	44	44	44	44
*1 По данным десяти спектров.								
🗚 🖓 т _{етр} — количество катионов в тетраэдрических позициях; 💭 количество катионов в октаэдрических позициях; Умежслойные —								
количество межслойных катионов.								

Tofmuna 2 Doaven Tar

Формула, рассчитанная для усредненного состава пластин разного цвета, может быть представлена:

для золотистой пластины в виде

(K_{1,62}Mg_{0,06})(Mg_{4,20}Fe⁺²_{1,24}Al_{0,32}Ti_{0,24})_{Σ6}[Si_{5,46}Al_{2,54},O₂₀](OH)₄xH₂O, для черной пластины в виде

 $(K_{1,73})(Mg_{3,95}Fe_{1,39}^{+2}Al_{0,37}Ti_{0,27})[Si_{5,42}Al_{2,58},O_{20}](OH)_4xH_2O.$

При расчете было принято допущение, что все железо находится в двухвалентном состоянии. Сравнительный анализ элементного состава показал (см. табл. 2), что золотистая пластина в межслойном пространстве содержит калий и магний, в то время как в черной пластине в качестве обменного катиона присутствует только калий. То, что в отдельных областях каждой пластины можно выделить области с иным содержанием межслойных К и Mg, не меняет существенно общей картины. Отношение Mg : Fe для большинства спектров соответствует флогопиту (>2) и находится в диапазоне 2,2–4,3. Можно предположить, что присутствие в межслойном пространстве магния, образующего дополнительные связи с гидроксильными группами OH-, способствует лучшему вспучиванию золотистой пластины.

Исследование вспученной частицы вермикулита (рис. 4, *a*, табл. 3) показало зависимость его элементного состава от области зондирования.





Рис. 4. Вспученная частица: общий вид (*a*), плоская поверхность (*б*), чередующиеся слои (*в*), область 1 (*г*)

Таблица 3. Результаты микрозондового анализа вспученнои частицы верми
--

Элемент / ок-	Плоская повер	охность частиць	ы (см. рис. 4, б)	Че	ередующиеся	слои частиці	ы (см. рис. 4,	s)
сид, мас. %	спектр 88	спектр 90	спектр 94	спектр 103	спектр 102	спектр 101	спектр 100	спектр 99
Na / Na ₂ O	0,96 / 1,29	_	1,27 / 1,71	_	_	_	_	-
Mg / MgO	11,91 / 19,75	11,83 / 19,61	12,04 / 19,96	12,24 / 20,29	11,43 / 18,95	11,54 / 19,13	11,49 / 19,05	12,03 / 19,95
Al / Al ₂ O ₃	9,18 / 17,34	9,11 / 17,21	8,54 / 16,13	8,02 / 15,15	7,98 / 15,07	8,18 / 15,45	7,86 / 14,85	8,41 / 15,89
Si / SiO ₂	17,73 / 37,92	17,56 / 37,56	17,24 / 36,88	15,96 / 34,14	15,39 / 32,92	17,15 / 36,68	16,15/34,54	16,88 / 36,11
K / K ₂ O	5,34 / 6,43	6,72 / 8,10	5,35 / 6,45	6,61 / 7,97	6,81 / 8,21	6,41 / 7,72	7,24 / 8,72	7,04 / 8,48
Ti / TiO ₂	1,08 / 1,80	-	-	-	1,42 / 2,37	-	-	-
Fe / FeO	7,07 / 9,09	6,06 / 7,79	7,09 / 9,12	7,76 / 9,98	8,23 / 10,58	9,13/11,74	8,47 / 10,89	8,06 / 10,37
Ca / CaO	0,65 / 0,91	-	-	-	-	-	-	-
0	46,08	48,72	48,47	49,41	48,73	47,60	48,79	47,59
Σ	100 / 94,54	100 / 90,27	100 / 90,25	100/87,53	100/88,10	100/90,73	100 / 88,06	100/90,79
Структурные формулы флогопита по результатам микрозондового анализа (расчет на 22 атома кислорода)							лорода)	
Si	5,47	5,64	5,58	5,41	5,23	5,61	5,49	5,51
Al	2,53	2,36	2,42	2,59	2,77	2,39	2,51	2,49
$\Sigma_{\text{тетр}}$	8	8	8	8	8	8	8	8
Mg	4,24	4,33	4,39	4,43	4,25	4,11	4,28	4,31
Ti	0,20	-	-	-	0,28	-	-	_
Fe ⁺²	1,10	0,98	1,15	1,32	1,41	1,50	1,45	1,32
Alokt	0,42	0,69	0,46	-	0,06	0,39	0,27	0,37
Mg	-	-0,06	-0,11	-0,36	-0,24	-0,25	-0,23	-0,23
Σ_{okt}	5,95	6	6	6	6	6	6	6
K	1,18	1,55	1,24	1,61	1,66	1,51	1,77	1,65
Na	0,36	-	0,50	-	-	-	-	-
Mg	-	0,06	0,11	0,36	0,24	0,25	0,23	0,23
Ca	0,14	-	-	-	-	-	-	-
Σмежслойные	1,55	1,55	1,86	1,98	1,90	1,75	2,0	1,88
Заряд +	43,36	44	43,50	44	44	44	44	44

82

Элементный состав центральных областей близок к составу исследуемых пластин разных цветов. В качестве межслойного катиона в основном содержится калий, хотя на отдельных участках присутствует небольшое количество магния. В то же время при анализе элементного состава краевых участков чередующихся слоев было выявлено повышенное содержание межслойного магния, количество которого в 2–6 раз больше, чем в центральных областях.

Пля определения имеющихся структурных особенностей был проведен анализ ИК-спектров исходного вермикулитового концентрата и вспученного материала (рис. 5) с использованием данных [17-19]. Установлено, что ИК-спектры обеих пластин в общем виде идентичны. Вместе с тем отмечены некоторые различия, которые выражены в присутствии или отсутствии пиков, а также в их интенсивности и степени разрешения в диапазонах 450-500, 550-600 и 600-800 см⁻¹, соответствующих колебаниям Me-O.

Me-O-Si и *Me*-OH в октаэдрических позициях. Положение сильной полосы поглощения, отвечающей за валентные колебания Si-O тетраэдрических структур, соответствует волновым числам 942,4 см⁻¹ для черной пластины и 960,2 см⁻¹ для золотистой пластины, что может быть обусловлено изменением длины соответствующей связи вследствие большей степени вермикулитизации золотистой пластины.

ИК-спектр измельченного вермикулита усредненного состава имеет сглаженный характер. Полосы поглощения представляют собой суперпозицию полос поглощения разных структурных связей, описанных выше. Максимум основной полосы поглощения соответствует 953,7 см⁻¹.

Следует обратить внимание также на полосы поглощения, отвечающие за связи Me-O-Si в области 450-500 см-1. При сравнении спектров исследуемых образцов отмечено присутствие полосы поглощения при 450,0 см-1 для пластины черного цвета. В то же время на спектре золотистой пластины эта полоса поглощения отсутствует, но при этом наблюдается пик при 500,0 см-1. Согласно данным [20], полоса поглощения связи Mg, Fe²⁺-O-Si находится вблизи 456 см⁻¹. При окислении железа происходит ее смещение до 526 см⁻¹. Кроме того, на данном спектре отмечено появление пиков слабой интенсивности при 563.6 и 579.2 см⁻¹, которые могут быть отнесены к колебаниям полиэдров Fe³⁺O₆.

Все это может служить подтверждением существования слоев, относящихся к разной степени вермикулитизации.



4000 3800 3600 3400 3200 3000 2800 2600 2400 2200 2000 1800 1600 1400 1200 1000 800 600 400 Волновое число, см⁻¹



В процессе вспучивания заметные изменения произошли в области валентных колебаний гидроксильных групп и молекулярной воды. На ИК-спектре исходного сырого материала самую высокую интенсивность имеют полосы поглощения, относящиеся к вакантным октаэдрическим позициям, характеризующим группировку катионов магния и трехвалентного железа с присутствием в ней вакансии MgFe+3V, а также к валентным колебаниям адсорбированной воды (3545,0 и 3400,3 см-1 соответственно). Полосы поглощения, отвечающие за колебания (MqMqMq)-OH, (MgMgAl)-OH, (MgFe⁺²Fe⁺²)-OH (3709,9, 3671,0 см⁻¹), имеют слабую интенсивность. Для всех исследуемых вспученных образцов общим явилось закономерное отсутствие полос поглощения, относящихся к колебаниям молекулярной воды. При этом сохранились полосы поглощения, соответствующие колебаниям 3Mg(Fe, Al)-OH в октаэдрическом слое. Для пластин черного цвета — это 3656,0 см⁻¹ (MgFe⁺²Fe⁺²)–ОН и 3703,9 см⁻¹ (MqMqMq)-OH, для пластин золотистого цвета — 3659,0 см⁻¹ (MgMgAl)–OH, (MgFe⁺²Fe⁺²)–OH и 3703,9 см⁻¹ (MgMgMg)-OH.

Данные РФА коррелируют с представленными ИК-спектрами. Чем ниже интенсивность полос поглощения, соответствующих валентным колебаниям Mg(Fe, Al)₃-OH, тем больше сдвиг базального рефлекса в сторону меньших межплоскостных расстояний.

Керамика из вспученного вермикулита

Для определения влияния отмеченной неоднородности вспученного вермикулита на его поведение при использовании в качестве компонента теплоизоляционных изделий был проведен предварительный эксперимент на керамических образцах. Вспученный вермикулит с размерами частиц 3–4 мм, используемый в качестве пористого наполнителя, для сравниваемых образцов отличался цветом, что соответствовало разной степени вспучивания. Состав шихты, мас. %: вспученный вермикулит 60, каолинитовая глина 40, крахмал (сверх 100 %) 6. Из шихты методом полусухого прессования при давлении P = 1 МПа получали образцы и обжигали их по режиму: 300 °C (0,5 ч), 450 °C (2 ч), 850 °C (1,5 ч), 1020 °C (1 ч).

Результаты показали, что керамические образцы со вспученным вермикулитом, в котором преобладали частицы черного цвета, после обжига полностью расслоились, что могло быть обусловлено процессом дополнительного вспучивания. В то же время образцы со вспученным вермикулитом преимущественно золотистого цвета сохранили заданную форму, что позволило провести эксперимент по определению влияния давления прессования на свойства керамических образцов (рис. 6).

Видно, что при снижении давления прессования от 3 до 0,8-1 МПа происходит постепенное уменьшение плотности и прочности образцов, а затем резкое снижение этих характеристик вплоть до полной потери прочности при давлении прессования менее 0,6 МПа. Полученные данные являются следствием совместного влияния упругой деформации вспученного вермикулита и прочности глинистой связки, которые





Таблица 4. Свойства керамовермикулитовых образцов в зависимости от способа формования и размера частиц вспученного вермикулита

Размер	Свойства* образцов, полученных					
частиц,	полусухим прессованием	пластическим				
MM	$(P = 0,6 \text{ M}\Pi a)$	формованием				
3-4	880 / 0,54	530 / 0,21				
1-2	1120 / 0,91	620 / 0,45				
* В числителе — плотность, кг/м ³ ; в знаменателе — предел						
прочности при сжатии, МПа.						

изменяются в зависимости от приложенного давления. Проведенный эксперимент показал, что формование образцов на основе вспученного вермикулита методом полусухого прессования позволяет получать достаточно прочные образцы плотностью 980–1000 кг/м³ при давлении 0,8–3,0 МПа.

Несмотря на то, что проведенный эксперимент показал предпочтительность использования наиболее полно вспученных вермикулитовых частиц, для дальнейших опытов было решено использовать коммерческий вспученный вермикулит, содержащий частицы разного цвета. Такое решение было обусловлено технологической целесообразностью, которая исключала на данном этапе возможность эффективного разделения частиц по цветовому признаку. Были использованы две фракции размерами 1–2 и 3–4 мм.

Для снижения плотности образцов параллельно был использован метод пластического формования, при котором глинистую связку доводили до состояния шликера, в который затем вводили вспученный вермикулит. Сырец высушивали при комнатной температуре в течение 100 ч, а затем при 100 °С в течение 1 ч. Дальнейший обжиг вели по режиму, аналогичному для прессованных образцов.

Сравнение влияния размера частиц на свойства керамовермикулита, полученного методом полусухого прессования и пластического формования, приведено в табл. 4. Из табл. 4 видно, что применение частиц размерами 3-4 мм без сортировки по цвету и, соответственно, по степени вспучивания приводит к уменьшению плотности и прочности образцов по сравнению с показателями, полученными для керамических образцов с частицами вермикулита преимущественно золотистого цвета (предел прочности при сжатии 0,65 МПа, плотность 920 кг/м³, см. рис. 6). При этом независимо от способа формования уменьшение размера частиц до 1-2 мм позволяет улучшить основные показатели свойств. Одной из причин этого может служить меньшее влияние эффекта дополнительного вспучивания, который при прочих равных условиях сильнее выражен у более крупных фракций. Кроме того, разная морфология образцов также оказывает влияние. Как видно из рис. 7, микроструктура спеченных образцов представлена частицами вспученного вермикулита и глинистой связкой.

Однако характер распределения этих составляющих неодинаков. Частицы размерами 1-2 мм достаточно равномерно распределены по объему образца, заполненному глинистой связкой. В то же время при использовании частиц размерами 3-4 мм связующее лишь частично заполняет пространство между ними, преимущественно тонкими прослойками. Это

84



Рис. 7. Микроструктура керамических образцов на основе вспученного вермикулита фракций 3–4 (*A*) и 1–2 мм (*B*), полученных методом пластического формования: 1 — частицы вспученного вермикулита; 2 — глинистая связка

свидетельствует о необходимости изменения соотношения глинистая связка : вспученный вермикулит в зависимости от размера частиц последнего.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

• Фазовый состав вспученного материала представлен гидрофлогопитом с флуктуациями элементного состава, обусловленными соответствующей неоднородностью исходного сырья.

• Показано, что цвет материала может являться индикатором степени вермикулитизации и дегидратации гидрофлогопита.

• Термообработка вермикулитового концентрата на производстве при температуре 1000 °С является недостаточной для сырья данного месторождения, поскольку потеря связанной воды во флогопите происходит при более высоких температурах по сравнению с чистым вермикулитом.

• Использование не полностью вспученного вермикулита в качестве пористого наполнителя в керамовермикулитовых изделиях, получен-

Библиографический список

1. *Suvorov, S. A.* A physicochemical study of properties of integrated high-temperature heat-insulating materials / *S. A. Suvorov, V. V. Skurikhin* // Refract. Ind. Ceram. — 2004. — Vol. 45, № 3. — P. 165–171. DOI: 10.1023/B:RE FR.0000036723.57816.04.

Суворов, С. А. Физико-химические исследования и свойства интегрированных высокотемпературных теплоизоляционных материалов / С. А. Суворов, В. В. Скурихин // Новые огнеупоры. — 2004. — № 2. — С. 18–24.

2. Shcherbina, N. F. Synthesis of high-temperature phases on vermiculite filler / N. F. Shcherbina, T. V. Kochetkova, S. V. Bastrygina, N. N. Grishin // Glass and Ceramics. -2014. - Vol. 71, N $_{2}$ 5/6. - P. 201–204 (Russian Original : Nos. 5–6, May–June, 2014). DOI: 10.1007/s10717-014-9652-8.

3. Булатов, Ф. М. Мессбауэровская спектроскопия в изучении стадийных превращений в ряду флогопит – гидрофлогопит – вермикулит / Ф. М. Булатов // Проблемы поисков и оценки минерально-сырьевых ных методом полусухого прессования, вызывает разрушение изделий после обжига.

• Уменьшение размеров частиц от 3-4 до 1-2 мм приводит к повышению прочности и плотности образцов одного шихтового состава. Керамовермикулитовые изделия имеют плотност 880 и 1120 кг/м³, предел прочности при сжатии 0,54 и 0,91 МПа (полусухое прессование) и 530 и 620 кг/м³, 0,2 и 0,45 МПа (пластическое формование) соответственно для 3-4 и 1-2 мм. Для оптимизации свойств при использовании частиц вспученного вермикулита разного размера необходимо регулировать соотношение вспученный вермикулит : связующее.

Выражаем благодарность сотрудникам Центра передовых технологий при Министерстве Инновационного развития Республики Узбекистан с. н. с. О. М. Турсункулову, м. н. с. А. Сапаевой и м. н. с. Н. Э. Искандарову за помощь в проведении анализов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства инновации РУз.

ресурсов : тез. докл. Всеросс. совещания. — М. : Издво ВИМС, 1980. — С. 73, 74.

4. *Sutcu*, *M*. Influence of expanded vermiculite on physical properties and thermal conductivity of clay bricks / *M*. *Sutcu* // Ceram. Int. — 2015. — Vol. 41. — P. 2819–2827. https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2014.10.102.

5. *Suvorov, S. A.* Vermiculite — a promising material for high-temperature heat insulators / *S. A. Suvorov, V. V. Skurikhin* // Refract. Ind. Ceram. — 2003. — Vol. 44, № 3. — P. 186–193. http://dx.doi.org/10.1023/A:1026312619843.

Суворов, С. А. Вермикулит — перспективный материал для производства высокотемпературной теплоизоляции / С. А. Суворов, В. В. Скурихин // Новые огнепоры. — 2003. — № 2. — С. 44-52.

6. *Al-Ani, Thair.* Clay and clay mineralogy: physicalchemical properties and industrial uses / *Thair Al-Ani, Olli Sarapää* // Geologian Tutkuskeskus. — 2008. — № 19. — P. 6–15. https://tupa.gtk.fi/raportti/arkisto/ m19_3232_2008_41.pdf. 7. Спирина, В. С. Исследование составов, технологии и свойств теплоизоляционных керамовермикулитовых изделий : автореф. дис. ... канд. техн. наук. Челябинск, 1972. — 19 с. https://search.rsl.ru/ru/ record/01007461257/.

8. Yoder, H. S. Phlogopite synthesis and stability range / H. S. Yoder, H. P. Eugster // Geochimica et Cosmochimica Acta. — 1954. — Vol. 6, issue 4. — P. 157–168. https://doi. org/10.1016/0016-7037(54)90049-6.

9. Wones, D. R. A low pressure investigation of the stability of phlogopite / D. R. Wones // Geochimica et Cosmochimica Acta. — 1967. — Vol. 31, issue 11. — P. 2248-2253. DOI: 10.1016/0016-7037(67)90064-6.

10. Zolotov, M. Yu. Stability of micas on the surface of Venus / M. Yu. Zolotov, B. Fegley, K. Lodders // Planetary and Space Science. - 1998. - Vol. 47. issue 1/2. - P. 245-260. DOI: 10.1016/S0032-0633(98)00079-8.

11. Tapik, Saban. Investigation of the effect of vermiculite (Yıldızeli / Sivas) addition on the properties of ceramic porcelain / Saban Tapik, Umut Önen, Tahsin Boyraz // J. Sci. Eng. — 2019. — Special Issue. — P. 513-520. https:// fenbildergi.aku.edu.tr/wp-content/uploads/2019/10/68-ES108.pdf.

12. Wearzyn, A. Adsorbents for iron removal obtained from vermiculite / A. Wegrzyn, L. Chmielarz, P. Zjezdzałka [et al.] // Acta Geodynamica et Geomaterialia. — 2013. — Vol. 10, № 3. — P. 353–361. https://www. irsm.cas.cz/materialy/acta content/2013 doi/Wegrzyn AGG 2013 0034.pdf. DOI: 10.13168/AGG.2013.0034.

13. Marcos, Celia. Structural changes in vermiculites Induced by temperature, pressure, irradiation, and chemical treatments / Celia Marcos // Clay Science and Technology. - 2020. - June. https://www.intechopen. com/chapters/72096. DOI: 10.5772/intechopen.92436.

14. Досанова, Г. М. Характеристика вермикулитов Тебинбулакского месторождения Республики Каракалпакстан / Г. М. Досанова, Н. Х. Талипов, И. А. Левицкий // Интеграция и развитие научно-технического и образовательного сотрудничества — взгляд в будущее : сборник статей II Междунар. науч.-техн. конф. «Минские научные чтения-2019», Минск, 11-12 декабря

2019 г. : в 3 т. Т. 2. — Минск : БГТУ, 2020. — С. 62-66. https://elib.belstu.by/handle/123456789/33129.

15. Попов, Е. Л. Результаты технологических исследований двух проб вермикулитовой руды месторождения Тебинбулак / Е. Л. Попов. Х. Ахмедов. Г. Р. Хабибуллаева // Горный вестник Узбекистана. — 2010. — № 4 (43). — C. 84-87. http://gorniyvestnik.uz/assets/ uploads/pdf/2010-oktyabr-dekabr.pdf.

16. Хайдаров, И. Н. Исследование ИК-спектральных анализов тебинбулакского и модифицированного вермикулита для получения суспензионного антипирена / И. Н. Хайдаров, Р. И. Исмаилов, О. Х. Хасанов // UNIVERSUM. Технические науки. — 2020. — № 11 (80). - C. 52-57. https://7universum.com/ru/tech/archive/ item/10848.

17. **Beran**, A. Infrared spectroscopy of micas / A. Beran // Reviews in Mineralogy and Geochemistry. — 2002. – Vol. 46. — P. 350–369. DOI: 10.2138/rmg.2002.46.07.

18. Vedder, W. Correlations between infrared spectrum and chemical composition of mica / W. Vedder // The American Mineralogist. — 1964. — Vol. 19. — P. 736–768. https://eurekamag.com/research/018/642/018642161. php.

19. Costa, T. M. H. Infrared and thermogravimetric study of high pressure consolidation in alkoxide silica gel powders / T. M. H. Costa, M. R. Gallas, E. V. Benvenutti, J. A. H. da Jornada // J. Non-Cryst. Solids. - 1997. - Vol. 220, № 2, 3. — P. 195-201. https://doi.org/10.1016/S0022-3093%2897%2900236-6.

20. Хохуля. М. С. Влияние водной среды на структуру и технические свойства кристаллов флогопита в условиях его длительного хранения / М. С. Хохуля, М. В. Маслова, Л. Б. Герасимова // Горный информационноаналитический бюллетень (научно-технический журнал). — 2013. — № 2. — С. 180-192. https://www. elibrary.ru/item.asp?id=20502557.

> Получено 22.02.22 © М. Х. Руми, Э. М. Уразаева, Ш. Р. Нурматов, Ш.К.Ирматова, М.А.Зуфаров, Ш.А.Файзиев, Э. П. Мансурова, 2022 г.

> > International Expo Centre (SNIEC)



НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

www.mm-china.com/en/