

СОЗДАНИЕ ВЫСОКОУСТОЙЧИВЫХ ОГНЕУПОРОВ

УДК 666.762

Комплексное использование
минерального сырья. № 2. 2016.

А. А. БИРЮКОВА^{1*}, Т. А. ТИХОНОВА¹, Е. С. МЕРКИБАЕВ¹,
Т. А. ХАБАС², В. М. ПОГРЕБЕНКОВ²

¹АО «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения», Алматы, *biryuk.silikat@mail.ru

²ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»,
Томск, Россия

СИНТЕЗ КОРДИЕРИТОМУЛЛИТОВОЙ КЕРАМИКИ С ЗАДАНЫМ ФАЗОВЫМ СОСТАВОМ НА ОСНОВЕ СЫРЬЯ КАЗАХСТАНА

Для синтеза кордиеритомуллитовой керамики в работе были использованы аркалыкская огнеупорная глина, краснооктябрьский боксит и серпентинит месторождений кемпирсайских хромитовых руд. Химико-минералогический анализ проб исходного сырья показал, что главным породообразующим минералом аркалыкской глины является каолинит, примесными – гиббсит, кварц и гематит. Основным минералом краснооктябрьского боксита является гиббсит, сопутствующими – каолинит и гематит. В качестве магнезиально-силикатного сырья в работе использована серпентинитовая порода, представленная минералами серпентиновой группы: хризотилом и антигоритом. Синтезированы кордиеритомуллитовые композиции с заданным фазовым составом с мольным соотношением кордиерит:муллит от 5:1 до 1:1. Изучен равновесный фазовый состав синтезированной кордиеритомуллитовой керамики рентгенофазовым и микроскопическим методами анализа. Изучено влияние температуры синтеза магнезиально-алюмосиликатных композиций на основе сырья Казахстана на фазовый состав кордиеритомуллитовой керамики. Установлено, что основными фазами всех составов композиций синтезированной керамики являются кордиерит и муллит, однако количественное содержание фаз и их соотношение не в полной мере соответствуют расчетным данным, вследствие присутствия в сырье примесных минералов. Во всех составах керамических композиций установлено присутствие магнезиальных силикатов, шпинелей, корунда и кварца. В зависимости от состава композиции получена кордиеритомуллитовая керамика с плотной структурой и водопоглощением от 2,0 до 7,0 % и прочностью на сжатие от 70 до 140 МПа.

Ключевые слова: глина, боксит, каолинит, гиббсит, синтез, спекание, фаза, кордиерит, муллит, водопоглощение, структура, прочность.

Введение. Инновационное развитие современной науки и техники вызывает необходимость создания все новых и новых материалов с различными функциональными свойствами в соответствии с условиями областей их применения. Это касается также огнеупорных и керамических материалов, обладающих высокой коррозионной стойкостью и термомеханической прочностью, стабильностью составов, структуры и долговечностью в эксплуатации.

Анализ научных публикаций показал интенсивное развитие в последние годы исследований по синтезу кордиеритосодержащих композиций с целью создания на их основе керамических материалов с заранее заданными свойствами, которые отличаются низкими коэффициентами термического расширения, что обуславливает их высокую термостойкость и возможность использования в самых различных областях техники [1-3].

Кордиерит синтезируют путем твердофазных реакций, кристаллизацией из расплавов, раскристаллизацией стекол соответствующих составов, прокаливанием гелей (золь-гель метод), путем пиролиза и горения смесей, а также гидротермальным способом. В промышленности кордиерит обычно получают обжигом смесей, состоящих из талька, каолина и глинозема при температурах 1400-1500 °С в течение 20-60 ч [4].

Среди многообразия кордиеритосодержащих материалов особое место принадлежит кордиеритомуллитовой керамике, которая может быть как плотной, так и пористой структуры в зависимости от ее назначения. Присутствие кордиерита в такой комбинации обуславливает высокую термостойкость, а муллита – прочность при сжатии.

Кордиеритомуллитовая керамика в зависимости от диапазона свойств может быть получена из

природного, синтетического и техногенного сырья неорганического происхождения [4-11].

Целью представленных исследований был синтез кордиеритомуллитовой керамики с плотной и прочной структурой, с последующим использованием ее на следующем этапе для получения фильтрующих элементов для очистки промышленных газов от пылевидных частиц.

Синтез кордиеритомуллитовой керамики основывался на применении отечественного алюмо- и магнезиальносиликатного сырья.

Методики эксперимента и исходные материалы. В работе в качестве алюмосиликатного сырья были использованы боксит Краснооктябрьского и огнеупорная глина Аркалыкского месторождений. Магнезиальносиликатным компонентом керамических композиций служили серпентинитовые породы Кемпирсайского месторождения хромитовых руд.

Исследование химико-минералогического состава исходных материалов и структурно-фазовых преобразований при термообработке керамических композиций на их основе проводили с привлечением химического, микроскопического, рентгеноструктурного и термического методов анализа.

Изготовление образцов керамики производили с применением приемов, принятых в технологии керамических и огнеупорных материалов: измельчение и тонкий помол исходных материалов, расчет и составление шихт, приготовление формовочной массы, прессование из полусухих масс на гидравлическом прессе, сушка образцов, обжиг, определение свойств, структуры и фазового состава.

Определение технических свойств проводили по следующим ГОСТам: 2409-80 «Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения водопоглощения, кажущейся плотности, открытой и общей пористости». 4071-80 – «Изделия огнеупорные. Метод определения предела прочности при сжатии».

Микроскопические исследования проб проводили с использованием микроскопов МИН-8 и OLYMPUS в проходящем свете в иммерсионной среде и в полированных шлифах в отраженном свете с помощью программы Stream Basic R.

Рентгеноструктурный анализ исходного сырья и синтезированных композиций проводили на дифрактометре D8 Advance (BRUKER), излучение α -Cu.

Химический анализ исходного сырья проводили в специализированной лаборатории по

сертифицированным методикам на современном оборудовании. Химические составы исходных материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав исходных материалов

Наименование материала	Содержание компонентов, мас. %								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	П.п.п
Краснооктябрьские бокситы	7,6	47,8	17,3	< 0,1	1,14	0,03	0,03	3,5	22,5
Аркалыкская огнеупорная глина	37,2	40,4	1,93	< 0,1	0,83	0,32	0,12	2,7	16,40
Серпентинитовая порода	34,8	0,9	7,3	39,0	0,8	-	-	-	17,2
Глинозем технический	<	98,7	<	0,5	<	-	0,3	-	0,4

Химико-минералогический состав алюмосиликатного сырья детально изучен и представлен в работе [11].

Огнеупорная глина – аркалыкская глина по химическому составу представляет собой высокоосновное сырье с содержанием Al₂O₃ в прокаленном состоянии 48,3 мас. % и средним содержанием красящих оксидов (Al₂O₃ + TiO₂) – 4,6 мас. %.

По минералогическому составу глина представляет собой полиминеральное сырье преимущественно каолинитового состава с примесью гиббсита. В грубодисперсной части в качестве непластичной примеси фиксируется наличие кварца и гематита (рисунок 1)

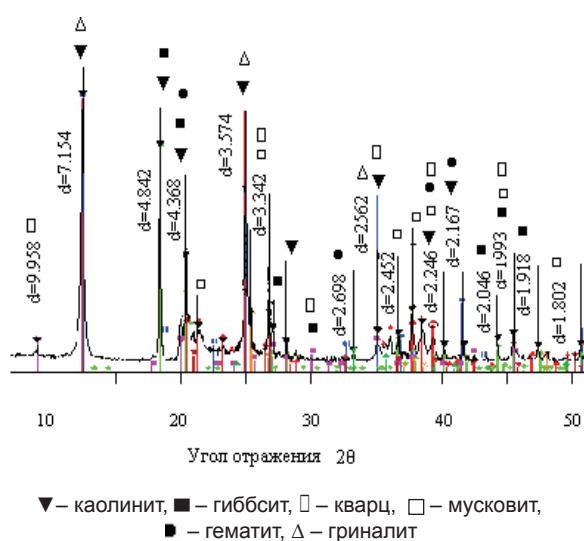


Рисунок 1 – Дифрактограмма аркалыкской глины

Бокситы. Краснооктябрьский боксит по химическому составу является высокоосновным

сырьем, а по минералогическому – гематит-бемит-каолининовой породой (таблица 1). Высокое содержание железистых примесей в данном случае может обуславливать хорошее спекание керамических композиций с его участием и формированием достаточно прочных структур.

Сerpентинитовая порода в работе используется как магнезиально-силикатный компонент шихты. Основными оксидами, содержащимися в пробе, являются оксиды магния и кремния (таблица 1).

Проба серпентинитовой породы представлена основными минералами серпентиновой группы – хризотилом и антигоритом, примесными – кварцем и гематитом (рисунки 2, 3). Возможно присутствие незначительного количества карбонатных примесей.

В отраженном свете микроскопа серпентин представлен прозрачной анизотропной фазой с $N_m = 1,56$ с низким двупреломлением и волнистым погасанием (рисунок 3). Форма зерен может быть волокнистой (хризотил) и пластинчатой (антигорит). Обе разновидности тесно перемежаются друг с другом

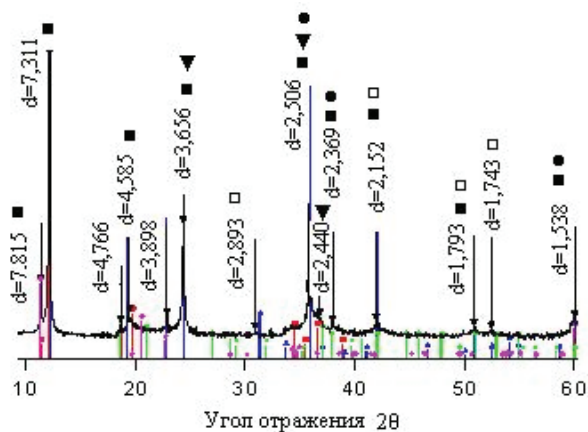


Рисунок 2 – Дифрактограмма пробы серпентинитовой породы

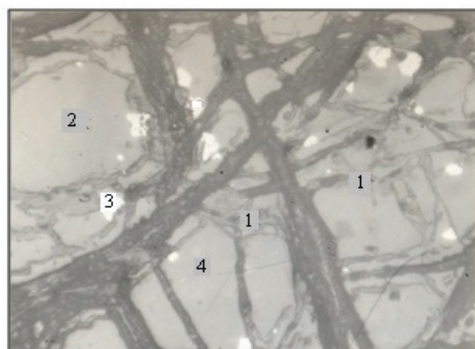


Рисунок 3 – Микроструктура пробы серпентинитовой породы

Из магнезиальных силикатов в незначительном количестве присутствует также оливин. Оливин – двуосный, отрицательный с $N_g = 1,671$; $N_p = 1,535$ присутствует в незначительном количестве. Зерна его, как правило, по периферии замещаются серпентином. В виде прожилков и отдельных включений неправильной формы может присутствовать белая анизотропная фаза с чуть голубоватым оттенком и кроваво-красными внутренними рефlekсами – гематит (Fe_2O_3).

Экспериментальная часть и обсуждение результатов. Выбор составов композиций был направлен на энергоэкономичный синтез керамики с температурой обжига не более 1400 °С.

Анализ тройной диаграммы состояния $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ показал, что для проведения процесса синтеза и спекания кордиеритосодержащей керамики при температуре ниже 1400 °С целесообразно создание композиций, находящихся в поле кристаллизации кордиерита, то есть материала с молярным соотношением муллит: кордиерит не более чем 1:1. Это должны быть кордиерито-муллитовые смеси. [12].

Поэтому в приведенной работе были запроектированы композиции с теоретическим соотношением кордиерит:муллит от 5:1 до 1:0.

Компонентный состав шихты кордиеритомуллитовой керамики приведен в таблице 2, а расчетный и фактический фазовый состав синтезированных композиций – в таблице 3, где К – кордиерит, М – муллит.

Таблица 2 – Компонентный состав кордиеритомуллитовой керамики

Шифр состава синтезируемой композиции	Содержание сырьевых компонентов в шихте, мас. %		
	серпентинит	огнеупорная глина	глинозем
K1M0	39,5	47,1	13,4
K5M1	34,6	48,2	17,2
K3M1	31,9	48,9	19,2
K2M1	29,0	49,4	21,6
K1M1	22,9	50,8	26,3

Для определения фазового состава исследуемых композиций были подготовлены шихты из тонкомолотых исходных компонентов (таблица 2) и изготовлены образцы-таблетки диаметром 16 мм при удельном давлении прессования 50 МПа с последующим обжигом в интервале 1100-1300 °С.

Таблица 3 - Теоретический и фактический фазовый составы проектируемой кордиеритомуллитовой керамики

Шифр состава синтезируемой композиции	Теоретический фазовый состав, мас. %		Фактический фазовый состав, мас. %				
	кордиерит	муллит	кордиерит	муллит	энстатит	кварц	корунд
температура обжига 1100 °							
K1M0	100	0	7,3	15,6	49,1	8,1	19,9
K5M1	87,2	12,8	6,8	12,9	49,5	8,5	22,3
K3M1	80,4	19,6	10,7	10,9	46,4	8,5	23,5
K2M1	73,3	26,7	8,7	20,3	34,6	8,5	27,9
K1M1	57,8	42,2	8,7	17,6	33,4	7,9	32,4
температура обжига 1200 °							
K1M0	100	0	29,6	16,0	34,0	6,9	13,5
K5M1	87,2	12,8	29,1	16,0	27,9	6,9	20,1
K3M1	80,4	19,6	25,2	17,2	25,5	8,1	24,0
K2M1	73,3	26,7	25,7	18,0	26,8	7,7	21,8
K1M1	57,8	42,2	26,2	21,5	17,9	6,9	27,5
температура обжига 1300 °							
K1M0	100	0	88,6	4,2	3,4	следы	3,8
K5M1	87,2	12,8	78,6	8,7	4,2	2,3	6,2
K3M1	80,4	19,6	74,4	10,8	4,4	3,7	6,7
K2M1	73,3	26,7	71,8	12,4	3,4	4,1	8,4
K1M1	57,8	42,2	61,3	17,2	4,5	5,4	11,6

Фактический фазовый состав синтезированных образцов керамики оценивали по данным рентгенофазового анализа путем сравнения интенсивностей рефлексов соответствующих фаз, присутствующих в продуктах обжига при температурах 1100, 1200 и 1300 °С (таблица 3).

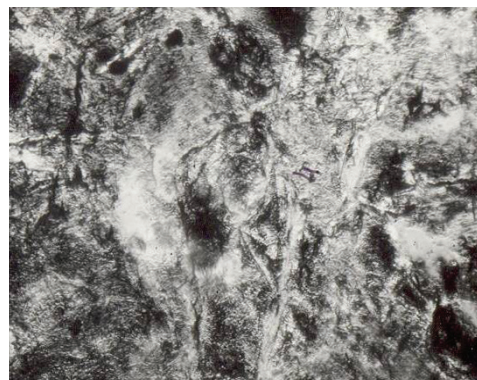
Известно [10], что синтез кордиерита из чистых оксидов происходит преимущественно через образование двойных соединений: алюмомагниевого шпинели ($MgO \cdot Al_2O_3$), форстерита ($2MgO \cdot SiO_2$) и энстатита ($MgO \cdot SiO_2$). Для полного синтеза кордиерита из оксидов необходим 2-3 – кратный повторный обжиг композиций с предварительным измельчением продукта первичных обжигов и увеличением выдержки (4-6 ч) при заданной температуре синтеза.

Природные глинозем и магнийсодержащие силикаты являются полиминеральным сырьем, поэтому процесс синтеза кордиерита может усложняться побочными реакциями разложения

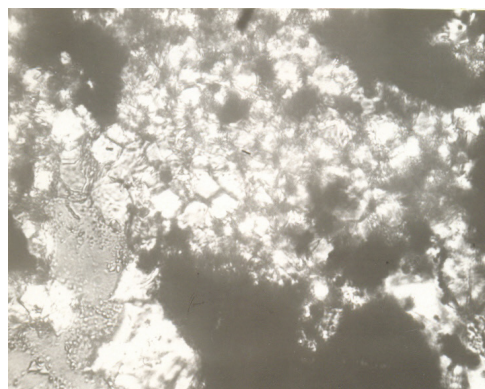
исходных минералов керамической смеси с образованием промежуточных метастабильных соединений с несовершенной структурой, таких как метасерпентин и метакаолинит.

Микроскопическими исследованиями продуктов обжига (700-1100 °С) алюмосиликатных композиций показано, что структуры образцов представлены тонкокристаллическим материалом (зерна менее 0,5 мкм).

Установлено, что удаление кристаллизационной воды в температурном интервале 700-1000 °С вызывает искажение петельчатой структуры серпентина, при этом наблюдается понижение его показателя светопреломления с $N_{ср} = 1,57$ до 1,55. Новообразованная фаза, названная метасерпентином, еще сохраняет серпентиновый габитус, однако зерна его становятся криптокристаллическими (рисунок 4, а).



а – метасерпентин



б – тонкодисперсный сросток форстерита и метасиликата магния

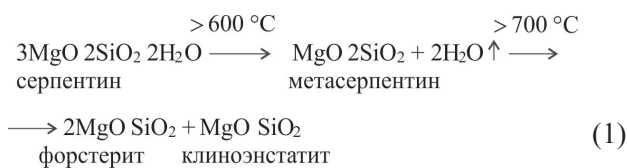
Свет проходящий: а – увеличение 110, б – увеличение 200

Рисунок 4 – Микроструктура образцов серпентинита после термообработки

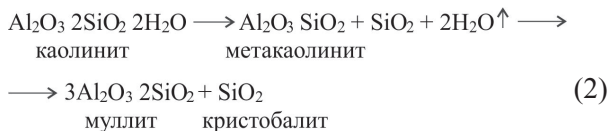
Вероятно, в этот момент в структуре метасерпентина происходит перераспределение связей между ионами магния, кремния и кислорода с образованием стабильной решетки

форстерита и метасиликата магния. Преобразования в структуре метасерпентина приводят к формированию тонкодисперсных сростков форстерита и метасиликата магния (энстатита и клиноэнстатита – рисунок 4, б). Показатель светопреломления этих агрегатов составил $N_{\text{ср}}=1,630-1,635$. Рентгенографически эти фазы обнаруживаются соответствующим набором характерных для них линий на дифрактограмме (Mg_2SiO_4 $d=5,10$; $3,85$; $2,51$; $2,46$; MgSiO_3 – $3,18$; $2,88$; $2,57$; $2,43$; $2,21 \cdot 10^{-10}$ м).

Разложение серпентина при нагревании с образованием новых магниевых силикатов можно представить схемой:



При температурах до 1000°C наблюдается также обезвоживание каолинита с перестройкой его структуры в структуру метаксаолинита с последующим образованием первичного муллита и кварца:

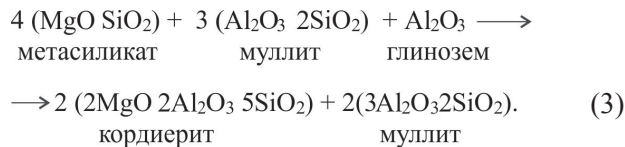


Присутствие этих фаз установлено наличием на дифрактограмме линий муллита $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$ ($d=3,38$; $3,41$; $2,20$) и кварца SiO_2 ($d=3,34$; $2,28$; $1,83$; $1,53 \cdot 10^{-10}$ м). Ввиду несовершенной структуры новообразованного муллита показатель его светопреломления измерить не удалось.

В композициях, представленных в таблице 3, в интервале $1000-1150^\circ\text{C}$ превалирует процесс синтеза муллита и магниевых силикатов.

Содержание муллита в продуктах обжига (в зависимости от состава исходных композиций) составило $10-17\%$, энстатита – $30-50\%$. Количество кордиерита при этих температурах не превышает 10% . Появление кордиерита, согласно данным рентгенофазового анализа, отмечено в продуктах обжига композиций при 1100°C ($7-10\%$).

Образование кордиерита на основе метастабильных продуктов распада минералов исходного сырья можно изобразить общим уравнением:



Нами установлено, что практически реакции не идут в полном соответствии с приведенными схемами. В кордиерито-муллитовых композициях присутствуют также энстатит, кварц ($d=3,38$; $2,34$; $2,17$; $1,871 \cdot 10^{-10}$ м), шпинели ($d=3,15$; $2,87$; $2,70$; $2,03 \cdot 10^{-10}$ м) корунд ($d=2,09$; $2,55$; $1,60 \cdot 10^{-10}$ м) и кварц ($d=3,38$; $2,46$; $1,88$; $1,80 \cdot 10^{-10}$ м) (таблица 4, рисунок 5).

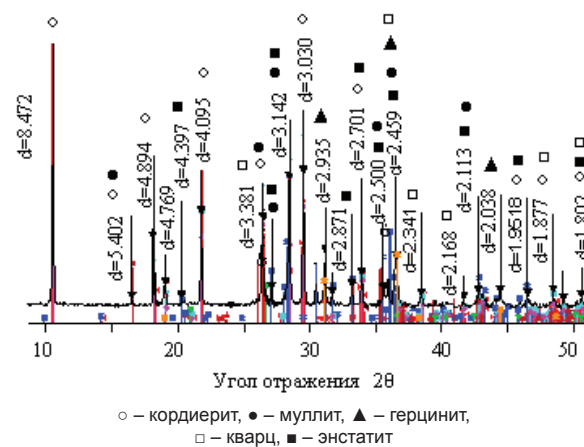


Рисунок 5 – Дифрактограмма композиции К5М1, обожженной при 1300°C

С увеличением температуры обжига до 1200°C количество кордиерита повышается до $25-30\%$, муллита – $16-22\%$, а количество энстатита снижается до $17-34\%$ в зависимости от состава композиции.

Равновесный фазовый состав алюмосиликатных композиций, обожженных при 1300°C , в зависимости от состава исходной шихты представлен, мас. %: кордиеритом – $60-90$, муллитом – $4-17$, энстатитом – $3-5$, кварцем – $1-6$ и корундом – $4-12$.

Это свидетельствует о том, что реакции взаимодействия компонентов шихты прошли не до конца и для полноты синтеза кордиеритомуллитовых композиций необходимо увеличить время экспозиции при температуре обжига 1300°C .

Для определения физико-механических свойств синтезируемой керамики заданных составов были подготовлены композиции на основе указанного выше природного сырья. В качестве глиноземсодержащего компонента в исходных шихтах применили природный боксит. Отформованные образцы обжигали при 1250 и 1300°C с последующим определением физико-механических свойств (таблица 4).

Таблица 4 – Компонентный состав шихты и свойства кордиеритомуллитовой керамики на основе природных материалов

Шифр состава синтезируемой композиции	Компонентный состав шихты, мас. %			Свойства керамических образцов			
	серпентинит	огнеупорная глина	боксит	открытая пористость, %	водопоглощение, %	кажущ. плотность, г/см ³	прочность на сжатие, МПа
Температура обжига 1250 °С							
K1MO	40	47	13	15,5	6,3	2,4	63,8
K5M1	35	48	17	16,6	7,1	2,3	73,6
K3M1	32	49	19	16,3	7,0	2,3	81,4
K2M1	29	49	22	13,1	5,5	2,3	91,7
K2M1	23	51	26	16,2	7,4	2,3	95,3
Температура обжига 1300 °С							
K1MO	40	47	13	9,3	4,3	2,2	86,0
K5M1	35	48	17	4,7	2,0	2,3	127,0
K3M1	32	49	19	4,4	1,9	2,3	137,0
K2M1	29	49	22	4,5	1,9	2,3	138,0
K2M1	23	51	26	5,3	2,2	2,3	105,0

Результаты исследований показали, что кордиеритомуллитовая керамика на основе казахстанского сырья (огнеупорная глина, бокситы, серпентиниты) спекается в интервале 1250-1300 °С. Керамические образцы, обожженные при температуре 1300 °С, имеют плотную структуру (открытая пористость составляет 4-9 %, водопоглощение – 2-4 %) и высокую прочность при сжатии – 72-140 МПа.

Выводы. Установлено, что синтез кордиеритомуллитовой керамики из природного сырья Казахстана с мольным соотношением кордиерита и муллита от 5:1 до 1:0 проходит в интервале 1250-1300 °С.

Формирование основных фаз при синтезе кордиеритомуллитовой керамики происходит через стадию образования промежуточных метастабильных соединений: метасерпентина и метакаолинита.

Кордиерит образуется при взаимодействии магнезиальных силикатов с глиноземом и частично с муллитом.

В керамике на основе природного магнезиально-алюмосиликатного сырья наряду с основными фазами (кордиеритом и муллитом) присутствуют энстатит, корунд и кварц.

В зависимости от состава композиции получена кордиеритомуллитовая керамика с водопоглощением от 2,0 до 7,0 % и прочностью на сжатие от 70 до 140 МПа.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Аввакумов Е.Г., Гусев А.А. Кордиерит – перспективный керамический материал. – Новосибирск: СО РАН, 1999. – 167 с.
- 2 Суворов С.А., Русинов А.В., Фищев В.Н. Огнеупорные материалы системы титанат алюминия-кордиерит // Огнеупоры и техническая керамика. – 2013. – № 1-2. – С. 8-4.
- 3 Белогурова О.А., Саварина М.А., Шарай Т.В. Легковесные муллит-кордиеритовые материалы из кианитовой руды Кейвского месторождения // Огнеупоры и техническая керамика. – 2013. – № 7-8. – С. 72-76.
- 4 Аввакумов Е.Г., Лепезин Г.Г., Горбачев Д.В. Влияние механической активации на синтез кордиерита из талька и минералов группы силлиманита // Огнеупоры и техническая керамика. – 2013. – № 1-2. – С. 57-61.
- 5 Дятлов Е.М., Миненкова Г.Я., Колонтаева Т.В. Интенсификация спекания муллит-кордиеритовой керамики с применением минерализаторов // Стекло и керамика. – 2000. – № 12. – С. 24-27.
- 6 Подболотов К.Б., Дятлова Е.М., Волочко А.Т. Синтез кордиеритомуллитовой керамики с применением оксидных цирконий- и алюмосодержащих огнеупорных наполнителей // Огнеупоры и техническая керамика. – 2015. – № 7-8. – С. 7-13.
- 7 Вакалова Т.В., Хабас Т.А., Погребенков В.М. Активация процессов синтеза и спекания композиций муллит-кордиеритового состава на основе природного сырья // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2015. – № 5. – С. 379-384.
- 8 Пат. 2211199 Р.Ф. Состав шихты для получения кордиеритовой керамики. / Хабас Т.А., Костяная Е.А., Верещагин В.И.; опубл. 27.08.2003, Бюл. № 24.
- 9 Гусев А.А., Аввакумов Е.Г., Винокурова О.Б. Влияние добавок оксидов переходных металлов на прочность, фазовый состав и микроструктуру кордиеритовой керамики // Стекло и керамика. – 2001. – № 1. – С. 23-25.
- 10 Бирюкова А.А., Тихонова Т.А., Боронина А.В. Структурно-фазовые превращения при термообработке композиций системы MgO-Al₂O₃-SiO₂ // Комплексное использование минерального сырья. – 2010. – № 5. – С. 108-116.
- 11 Бирюкова А.А., Тихонова Т.А., Акчулакова С.Т., Вакалова Т.В., Говорова Л.П. Влияние фторсодержащих добавок на синтез и свойства муллитовой керамики на основе алюмосиликатного сырья Казахстана // Комплексное использование минерального сырья. – 2016. – № 1. – С. 80-87.
- 12 Торопов Н.А., Барзаковский В.П., Лапин В.В. Диаграммы состояния силикатных систем. Справочник. Вып. 3. Тройные силикатные системы. – Ленинград: Наука, 1972. – 448 с.

REFERENCES

- 1 Avvakumov E.G., Gusev A.A. *Kordierit – perspektivnyy keramicheskiy material* (Kordierit is perspective ceramic material). Novosibirsk: SO RAN, 1999, 167 (in Russ.).
- 2 Suvorov S.A., Rusinov A.V., Fischev V.N. *Ogneupornyye materialy i sistemy titanat alyuminiya-kordierit* (The refractoriness of the system titanat of alyuminiya-kordierit) // *Ogneupory i tehnikeskaya keramika = Refractory materials and technical ceramics*. 2013. 1-2, 8-4 (in Russ.).
- 3 Belogurova O.A., Savarina M.A., SHaray T.V. *Legkovesnyye mullito-kordieritovyie materialy iz kianitovoy rudy Keyvskogo mestorojdeniya* (Light-weight mullit-kordierit materials from kianit of ore of Keyvsk of deposit) // *Ogneupory i tehnikeskaya keramika = Refractory materials and technical ceramics*. 2013. 7-8, 72-76 (in Russ.).
- 4 Avvakumov E.G., Lepezin G.G., Gorbachev D.V. *Vliyanie mehanicheskoy aktivatsii na sintez kordierita iz talka i mineralov gruppy sillimanita* (Influence of the mechanical activating on the

synthesis of kordierit from talc and minerals of group of sillimanite) // *Ogneupory i tehnikeskaya keramika = Refractory materials and technical ceramics*. **2013**. 1-2, 57-61 (in Russ.).

5 Dyatlov E.M., Minenkova G.YA., Kolontaeva T.V. *Intensifikatsiya spekaniya mullito-kordieritovoy keramiki s primeneniem mineralizatorov* (Intensification of sintering of mullit-kordierit ceramics with the use of mineralizers) // *Steklo i keramika = Glass and ceramics*. **2000**. 12, 24-27 (in Russ.).

6 Podbolotov K.B., Dyatlova E.M., Volochko A.T. *Sintez kordieritomullitovoy keramiki s primeneniem oksidnykh tsirkoniy-i alyumosoderjaschih ogneupornykh napolniteley* (Synthesis of kordierit-mullit ceramics with the use of oxide zirconium - and aluminum of heat-resistant fillers) // *Ogneupory i tehnikeskaya keramika = Refractory materials and technical ceramics*. **2015**. 7-8, 7-13 (in Russ.).

7 Vakalova T.V., Habas T.A., Pogrebenkov V.M. *Aktivatsiya protsessov sinteza i spekaniya kompozitsiy mullito-kordieritovogo sostava na osnove prirodnogo syrya* (Activating of processes of synthesis and sintering of compositions of mullit-kordierit composition on the basis of natural raw material) // *Mejdunarodnyy jurnal prikladnykh i fundamentalnykh issledovaniy = International Journal of applied and fundamental research*. **2015**. 5, 379-384 (in Russ.).

8 Pat. 2211199 R.F. *Sostav shihty dlya polucheniya kordieritovoy keramiki* (Composition of charge for the receipt of kordierit ceramics) / Habas T.A., Kostyanaya E.A., Vereschagin V.I. Opubl. 27.08.2003, 24 (in Russ.).

9 Gusev A.A., Avvakumov E.G., Vinokurova O.B. *Vliyanie dobavok oksidov perehodnykh metallov na prochnost, fazovyyi sostav i mikrostrukturu kordieritovoy keramiki* (Influence of additions of oxides of transitional metals on durability, phase composition and microstructure of kordierit ceramics) // *Steklo i keramika = Glass and ceramics*. **2001**. 1. 23-25 (in Russ.).

10 Biryukova A.A., Tihonova T.A., Boronina A.V. *Strukturno-fazovyye prevrascheniya pri termoobrabotke kompozitsiy sistema MgO-Al₂O₃-SiO₂* (Structural- phase transformations at heat treatment of compositions of the system MgO - Al₂O₃ - SiO₂) // *Kompleksnoe ispolzovanie mineralnogo syrya = Complex use of mineral resources*. **2010**. 5, 108-116 (in Russ.).

11 Biryukova A.A., Tihonova T.A., Akchulakova S.T., Vakalova T.V., Govorova L.P. *Vliyanie ftorsoderjaschih dobavok na sintez i svoystva mullitovoy keramiki na osnove alyumosilikatnogo syrya Kazakhstana* (Influence of fluorine-containing additions on a synthesis and properties of mullit ceramics on the basis of silica-alumina raw material of Kazakhstan) // *Kompleksnoe ispolzovanie mineralnogo syrya = Complex use of mineral resources*. **2016**. 1, 80-87 (in Russ.).

12 Toropov N.A., Barzakovskiy V.P., Lapin V.V. *Diagrammy sostoyaniya silikatnykh sistem. Spravochnik. Vyip. 3. Troynnye silikatnye sistemy* (Diagrams of the state of the silicate systems. Reference book. V. 3. Triple silicate systems). Leningrad: Nauka, **1972**, 448 (in Russ.).

ТҮЙІНДЕМЕ

Кордиеритмуллитті керамиканы синтездеу үшін Арқалықтың отқа төзімді саздары, Краснооктябрь бокситі және Кемпірсай хромитті кенінің серпентиниті қолданылды. Бастапқы шикізаттың сынамаларына жүргізілген химиялық-минералогиялық талдаулар Арқалық сазының негізгі жыныс түзгіш минералы болып каолинит, ал қоспалармен – гиббсит, кварц және гематит болатынын көрсетті. Краснооктябрь бокситінің негізгі минералдары болып гиббсит, ал ілесіне минералдар ретінде каолинит және гематит болады. Бұл жұмыста магнезиалды-силикатты шикізат ретінде серпентинитті жыныстар хризотил мен антигорит пайдаланылды. Кордиерит:муллиттің мольдік қатынасы 5:1-тен 1:1 дейін болатын фазалық құрылымы алдын ала белгіленген кордиеритмуллитті композициялар синтезделді. Синтезделген кордиеритмуллитті керамиканың тепе-теңдік фазалық құрамы рентгенқұрылымдық және микроскопиялық талдау әдістерімен зерттелді. Қазақстан шикізатының негізінде алынған магнезиалды-алюмосиликатты композицияларды синтездеу температурасының кордиеритмуллитті керамикасының фазалық құрамына әсері зерттелді. Синтезделген керамикалар композицияларының барлық құрамдарының негізгі фазалары кордиерит пен муллит болатыны, бірақ фазалардың сандық мөлшері және олардың қатынасы қоспа минералдардың болуына байланысты толық есептелген деректерге сәйкес келмейтіні анықталды. Керамикалық композициялардың барлық құрамдарында магнезиалды силикаттар, шпинелдер, корунд және кварц болатыны анықталды. Композициялардың құрамына сәйкес 2,0-ден 7,0% -ға дейін су сіңіру қабілеттілігі және 70-тен 140 МПа дейін қысуға беріктігі бар, тығыз құрылымды кордиеритмуллитті керамикасы алынды.

Түйін сөздер: саз, боксит, каолинит, гиббсит, синтез, күйежентектеу, фаза, кордиерит, муллит, су сіңіру қабілеттілігі, құрылысы, беріктік.

SUMMARY

Arkalyk refractory clay, Krasnooktyabrsk bauxite and serpentinite of Kempirsaj chromite ores deposits were used in the work for synthesis of cordierite-mullite ceramics. Chemical and mineralogical analysis of raw material samples showed that the main rock-forming mineral of Arkalyk clay is kaolinite, impurity minerals – gibbsite, quartz and hematite. The main mineral of Krasnooktyabrsk bauxite is gibbsite, attendant minerals – kaolinite and hematite. As magnesia-silicate raw materials were used serpentinite rock represented by the serpentine minerals: chrysotile and antigorite. Cordierite mullite composites were synthesized with a given phase composition, where cordierite: mullite ratio is varied from 5: 1 to 1: 1. The equilibrium phase composition of synthetic cordierite-mullite ceramics was studied by X-ray diffraction and microscopic analysis methods. The influence of temperature of synthesis of magnesia aluminosilicate composites from Kazakhstani minerals on the phase composition of cordierite-mullite ceramics was studied. It is found that the main phases of all synthesized ceramics composites are cordierite and mullite, but the quantitative phase content and their ratio does not fully correspond to the calculated data due to impurity minerals presence in raw material. All of ceramic compositions include magnesium silicates, spinel, corundum and quartz. Obtained cordierite mullite ceramics has dense structure, water absorption capacity from 2.0 to 7.0 % and compressive strength from 70 to 140 MPa depending on the composition content.

Keywords: clay, bauxite, kaolinite, gibbsite synthesis, sintering, phase, cordierite, mullite, water absorption, structure, strength.

Поступила 08.02.2016.