

## Композиты с заданными техническими характеристиками на основе пирофиллитового сырья

А. М. Мустафина<sup>1</sup>, У. Ш. Шаяхметов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> mustafinaaa03@mail.ru, <sup>2</sup> rusairu@ufanet.ru

<sup>1,2</sup> ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» (УУНиТ)

**Аннотация.** Для изготовления буров для глубоких скважин в нефтегазовой отрасли в плане импорта замещения актуальной задачей стало изготовление упруго пластичных форм, работающих под высоким давлением при низких и высоких температурах. Всем этим жестким свойствам отвечает пирофиллитовое сырье, которое в большом количестве закупалось в ЮАР, США, КНР. В то же время на Южном Урале имеются месторождения пирофиллита в ряде таких карьеров, как Куль-Юрт-Тау, Миасс.

**Ключевые слова:** керамические композиционные материалы; пирофиллитовое сырье; силикатное связующее; фосфатное связующее.

### ВВЕДЕНИЕ

Рассмотрены керамические композиционные материалы на основе выбранного пирофиллитового сырья (ПФС) месторождения Куль-Юрт-Тау с максимальным содержанием оксида алюминия и с применением связующих компонентов из силикатов и фосфатов. Химический состав пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тау определен рентгенофлуоресцентным анализом на энергодисперсионном спектрометре Xenemetrix модели X-Calibur (Израиль). Результаты элементного анализа приведены в табл. 1 и являются маркером, отличающим пирофиллит Куль-Юрт-Тау от пирофиллита всех других месторождений. РФА также показал на содержание пирофиллита в составе сырья (рис. 1).

Таблица 1

Химический состав пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тау

Ок- сид	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Собщ	ППП
ПФС	57,204- 59,892	0,901	32,811- 36,145	1,451- 1,551	0,005	0,277	0,388	0,419	0,674	0,150	0,01	18,766

Изучено влияние технологических факторов на деформационное поведение, текучесть и прочность композиционного керамического материала на основе ПФС с использованием силикатного связующего. Эксперименты проводились при нормальных условиях испытаний. Установлено оптимальное содержание компонентов ПФС, количество вводимого связующего (не более 22 %), температура (максимальная 500 °C) и время термообработки (до 48 часов) материала изделий, которые определяют возможность использования рассматриваемого материала в системах высокого давления.

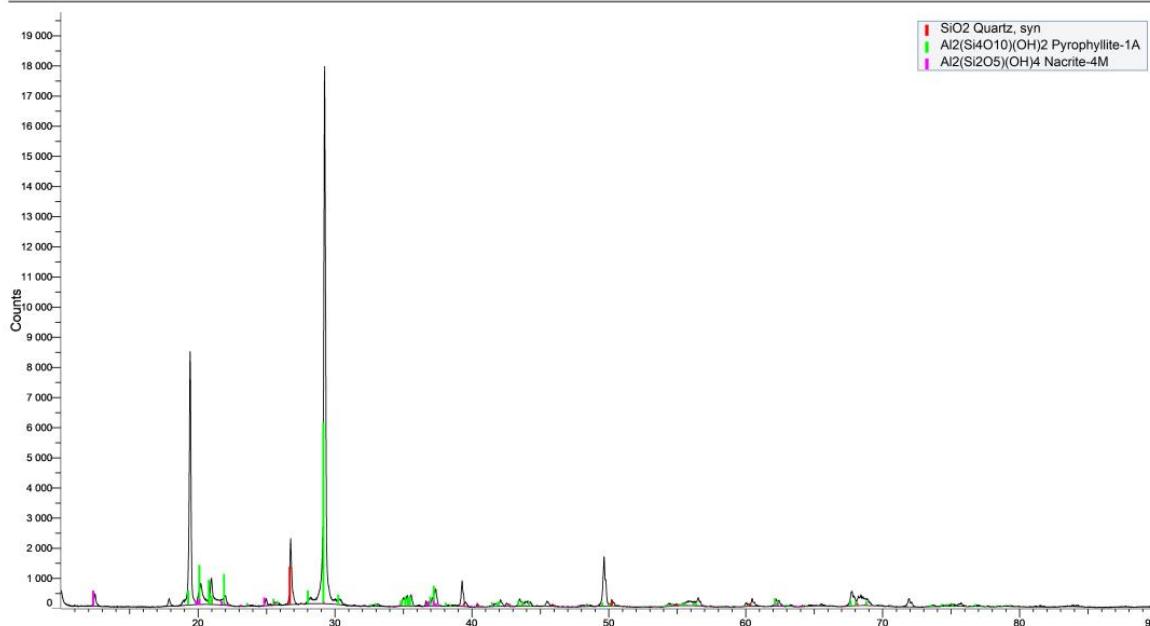


Рис. 1. Рентгенофазовый анализ пирофиллитового сырья

В работе представлены результаты исследования зависимости физико-механических характеристик – текучести, прочности и деформационной способности керамического композиционного материала на основе ПФС от компонентного состава, исходной влажности, температуры и времени обработки в низкотемпературной области.



Рис. 2. Комплексный термический анализ пирофиллитового сырья с 22 % масс. ЖС:

- 1 – зависимость изменения массы от температуры (чувствительность 200 мг);
- 2 – зависимость дифференциального изменения массы от температуры;
- 3 – кривая дифференциального термического анализа от температуры;
- 4 – зависимость температуры от времени

Изучен процесс удаления свободной воды в составах на основе ПФС на примере состав ПФС с содержанием 22 % масс. ЖС.

Содержание воды в рассматриваемой системе в исходном состоянии составляет около 12 % за счет ее содержания в жидким стекле, что подтверждается кривой термографии ТГ (кривая 1, рис. 2). Также на кривой ТГ наблюдается удаление воды из шихты до температуры 160 °C.

Проведено изучение кинетики выхода свободной воды из шихты при температурах 22 (комнатная температура), 80, 100, 120 °C в условиях атмосферного давления.

Установлено следующее:

1. При комнатной температуре за 24 часа выдержки удаляется 8 % воды, за 48 часов удаляется 9 % воды от 12% теоретически возможного количества (рис. 3). Выведение теоретически возможного количества воды 12 % невозможно по причине влажности воздуха в помещении, где проводится эксперимент.

2. При температуре 80 °C за 6 часов выдержки удаляется около 8 %. Для полного удаления воды требуется около 24 часов выдержки (кривая 1, рис. 4).

3. При температуре 100 °C за 6 часов выдержки удаляется около 10 %. Для полного удаления воды требуется около 16 часов выдержки (кривая 2, рис. 4).

4. При температуре 120 °C за 12 часов выдержки удаляется около 12%, все теоретически возможное количество свободной воды (кривая 3, рис. 4).

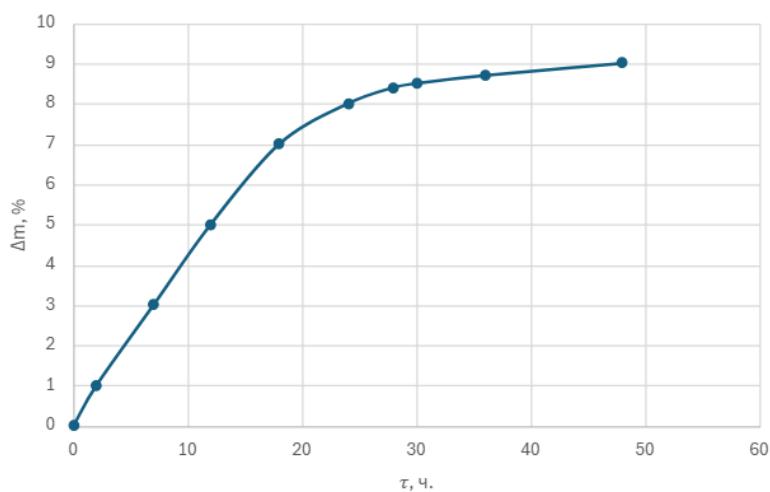


Рис. 3. Кривая зависимости изменения массы от времени выдержки при комнатной температуре образца на основе ПФС с 22 % масс. ЖС

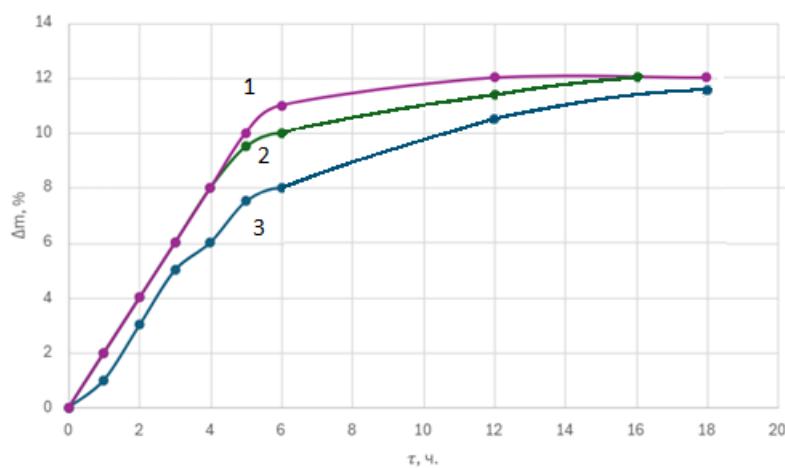


Рис. 4. Кривые зависимости изменения массы образца на основе ПФС с 22 % масс. ЖС от времени выдержки при температурах, °C: 1 – 80, 2 – 100, 3 – 120

Изучено влияние температуры термической обработки на механическую прочность при сжатии в соответствии с ГОСТ Р 57606-2017 (ИСО 20504:2006) материала на примере состава ПФС с 22 % масс. ЖС.

Упрочнение материала происходит в диапазоне температур от 50 до 250 °С от значений 1,5 до 7,5 МПа (рис. 5).

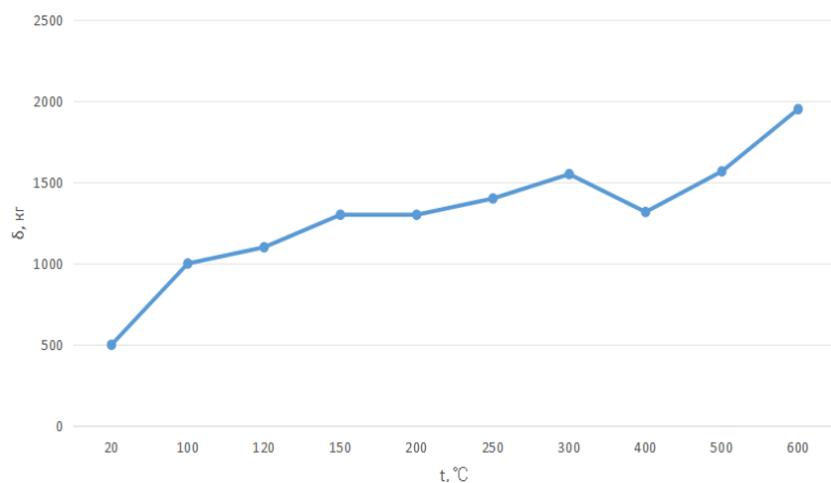


Рис. 5. Кривая зависимости прочности на сжатие образца ПФС с 22 % масс. ЖС от температуры термической обработки

Установлено влияние пластичности (деформационной текучести) от температуры термической обработки. Образцы приведены на рис. 6.



Рис. 6. Внешний вид испытанных на текучесть образцов после термической обработки (образцы приведены по порядку изменения температуры), °С:  
20, 50, 100, 120, 150, 150, 200, 250, 300

Наблюдается:

20, 50, 100 °C – пластичное течение интенсивное,

120, 150 °C – пластичное течение умеренное,

200, 250, 300 °C – пластичное течение слабое.

В рассмотренном интервале температур хрупкого разрушения нет.

С целью изучения поведения композиционного керамического материала на основе ПФС при нагреве проведены исследования температур деформации под нагрузкой в соответствии с ГОСТ 4070-2000 с помощью однопозиционной установки высокотемпературной деформации. Указанный ГОСТ устанавливает метод определения происходящих изменений при высоких температурах под стандартной нагрузкой. Выбрана температура нагрева до 1300 °C, скорость нагрева 5 °C/мин (300 °C/час).

Композиционная керамика на основе пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тай с применением силикатного связующего показала относительно равномерное расширение при нагреве и начало размягчения при температуре 1150 °C (рис. 7, кривая 1). Далее происходит пластичная деформация. Небольшой изгиб на кривой около 600 °C, вероятно, связан с фазовым переходом  $\alpha\text{-SiO}_2 \rightarrow \beta\text{-SiO}_2$ .

Композиционная керамика на основе пирофиллитового сырья этого же месторождения с применением фосфатного связующего показала равномерное расширение при нагреве и начало размягчения при температуре 1380 °C (рис. 7, кривая 2). Далее происходит пластичная деформация. Относительно высокая температура начала размягчения, вероятно, связана с формированием алюмофосфатных цементов в процессе реакции глинозема, присутствующего в пирофиллите, с фосфатным связующим.

Методом оптической микроскопии с помощью приставки Digital Microscope U500X (Китай) изучена структура сколов образцов композиционных материалов из пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тай. Установлено, что в рассматриваемых материалах, изготовленных с применением силикатного связующего, наблюдается плотная структура с низкой пористостью (рис. 8 а), а в случае с фосфатным связующим – поры (рис. 8 б), вероятно, полученные за счет выделения оксида фосфора в процессе комплексной реакции с образованием, в итоге, фосфата алюминия как структурообразующего неорганического полимера.

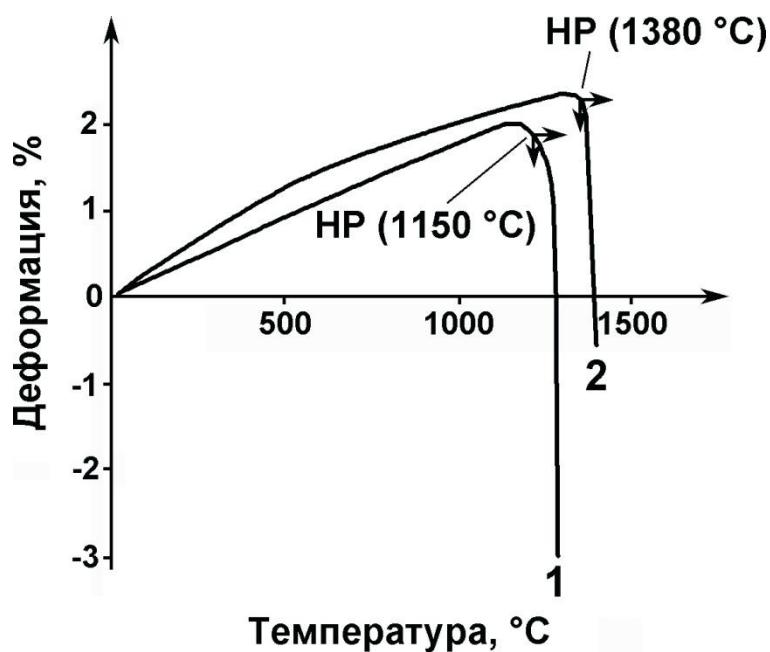


Рис. 7. Зависимость деформации от температуры под стандартной нагрузкой образцов композиционных материалов из пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тай, изготовленных с применением силикатного связующего (1) и фосфатного связующего (2)



**Рис. 8.** Структура сколов образцов композиционных материалов из пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тау, изготовленных с применением силикатного связующего (а) и фосфатного связующего (б)

Таким образом, использование пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тау с применением силикатных связующих и фосфатных связующих позволяет заменить используемый в настоящее время алюмосиликатный компонент в керамических композиционных материалах путём его частичной или полной замены.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бакунов В. С., Мурзакова А. Р., Шаяхметов У. Ш., Якупова Л. В. Технология композитов на основе пирофиллитового сырья месторождения Куль-Юрт-Тау // Стекло и керамика. 2013. №2. С. 51–55.
2. Шаяхметов У. Ш., Шаяхметов А. У., Захаров А. В., Хамидуллин А. Р., Газизова А. Т. Огнеупорные композиции на основе пирофиллитового сырья // Новые огнеупоры. 2018. №6. С. 8–13.
3. Хамидуллин А. Р., Шаяхметов У. Ш., Чудинов В. В., Резяпов Р. Д., Гадиева Ю.А. Исследование физико-технических свойств композиционных материалов на основе пирофиллита // Современные технологии композиционных материалов: Мат-лы VII Всероссийской научно-практической молодежной конференции с международным участием / Отв. редактор У. Ш. Шаяхметов. Уфа, 2022. С. 234–239.

#### ОБ АВТОРАХ

**МУСТАФИНА Айзилия Мидахатовна**, студ. кафедры МифМ

**ШАЯХМЕТОВ Ульфат Шайхизаманович**, профессор, д.т.н.

#### METADATA

**Title:** Composites with specified technical characteristics based on pyrophyllite raw materials.

**Authors:** A. M. Mustafina<sup>1</sup>, U. SH. Shayakmetov<sup>2</sup>

**Affiliation:**

<sup>1, 2</sup> Ufa University of Science and Technology (UUST), Russia.

**Email:** <sup>1</sup>mustafinaaa03@mail.ru, <sup>2</sup>rusairu@ufanet.ru

**Language:** Russian.

**Source:** Molodezhnyj Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa University of Science and Technology), no. 2 (33), pp. 81-86, 2025. ISSN 2225-9309 (Print).

**Abstract:** For the manufacture of drills for deep wells in the oil and gas industry, in terms of substitution imports, the manufacture of elastically plastic molds operating under high pressure at low and high temperatures has become an urgent task. Pyrophyllite raw materials, which were purchased in large quantities in South Africa, the USA, and China, meet all these harsh properties. At the same time, there are pyrophyllite deposits in the Southern Urals in a number of quarries, such as Kul-Yurt-Tau, Miass.

**Key words:** ceramic composite materials, pyrophyllite raw materials (PFS), silicate binder, phosphate binder.

**About authors:**

**MUSTAFINA Aizilya Midakhatovna**, student, Dept. of MATERIALS SCIENCE AND PHYSICS OF METALS (UUST).

**SHAYAKHMETOV Ulfat Shaikhizamanovich**, professor, Doctor of Technical Sciences