

Юдин М.В., Игнатова А.М., Игнатов М.Н. Идентификация калиевого фторфлогопита опытной партии на предмет соответствия стандарту // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2018. – Т. 20, № 3. – С. 73–81. DOI: 10.15593/2224-9877/2018.3.09

Yudin M.V., Ignatova A.M., Ignatov M.N. Identification of potassium fluorophylate of the tested batch for compliance with the standard. *Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science*, 2018, vol. 20, no. 3, pp. 73–81. DOI: 10.15593/2224-9877/2018.3.09

ВЕСТНИК ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение
Т. 20, № 3, 2018
Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science
<http://vestnik.pstu.ru/mm/about/inf/>

DOI: 10.15593/2224-9877/2018.3.09
УДК 621.74:666.85/89

М.В. Юдин¹, А.М. Игнатова², М.Н. Игнатов²

¹ ООО «АВИСМА-Спецремонт», Березники, Россия

² Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ КАЛИЕВОГО ФТОРФЛОГОПИТА ОПЫТНОЙ ПАРТИИ
НА ПРЕДМЕТ СООТВЕТСТВИЯ СТАНДАРТУ**

Для перехода от опытного производства калиевого фторфлогопита к серийному необходима идентификация материаловедческих характеристик этого материала на предмет соответствия технологическому регламенту. Для этого в рамках представленного исследования использовали растровую электронную микроскопию с рентгеноспектральным микрозондовым анализом, петрографический, рентгенофазовый и силикатный анализы. В ходе петрографического анализа были определены показатели преломления, характер спайности и общая интерференция света. Дополнительно методом анализа изображений проводили оценку морфометрических параметров структурных составляющих. В результате идентифицированы следующие признаки калиевого фторфлогопита: показатели преломления, равные 1,597 и 1,550; совершенная спайность – (001), параллельные полосы вдоль зерен; интерференция 2–3-го порядка (многосложные цветные переходы на фото); изменение цветовой окраски при перемещении предметного столика микроскопа.

Установлено, что морфометрические характеристики составляющих изменяются по размеру, но при этом сохраняется пропорциональное строение составляющих, о чем свидетельствует стабильное значение коэффициента сферичности.

Методами растровой электронной микроскопии и микрозондовым рентгеноспектральным анализом были установлены характер строения микроструктуры и элементный состав отдельных составляющих. Совместное исследование данных рентгенофазового и силикатного анализов позволило установить химический состав материала образцов, мас. %: SiO₂ – 39,00–41,10; TiO₂ – 0,04–0,06; Al₂O₃ – 9,00–9,70; Fe₂O₃ (общ.) – 0,05–0,15; P₂O₅ не более 0,01, Na₂O – 0,04–0,47; K₂O – 7,20–8,90; CaO – 0,80–3,20; MgO – 27,2–29,2; S (сера сульфидная) не более 0,01; SO₃ (сера сульфатная) – 0,07–0,20; CO₂ – 0,11–0,31, F – 9,35–11,67; фазовый состав, мас. %: фторфлогопит – 86,7–89,9 %, сопутствующие фазы (орто- и клинопироксены, гумитовые минеральные фазы и плаггиоклаз) – 5,0–7,0 %, стеклофаза – 5,1–7,2 %. Калиевый фторфлогопит опытной партии отвечает требованиям технологического регламента предприятия, соответствует ТУ 5714-489-05785388 и является основой для перехода к серийному производству.

Ключевые слова: фторфлогопит, слюдокристаллический материал, каменное литье, петрургия, организация производства, силикатный анализ, анализ изображений, морфология структуры, опытное производство, петрографический анализ.

M.V. Yudin¹, A.M. Ignatova², M.N. Ignatov²

¹ LLC "AVISMA-Spetsremont", Berezniki, Russian Federation

² Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation

**IDENTIFICATION OF POTASSIUM FLUOROPHYLATE
OF THE TESTED BATCH FOR COMPLIANCE WITH THE STANDARD**

To develop pilot production into serial production, it is necessary to identify the material-science characteristics of the potassium-phlogopite material for compliance with the technological regulations. For this, raster electron microscopy was used with X-ray spectral microprobe analysis, petrographic, X-ray phase and silicate analyzes. In the course of petrographic analysis, refractive indices, the nature of cleavage and the general interference of light were determined. Additionally, the morphometric parameters of the structural components were evaluated by the image analysis method. As a result, the following attributes of potassium fluorophilic acid have been identified: refractive indices equal to 1.597 and 1.550; perfect cleavage – ((001), parallel bands along the grains, interference of 2-3 orders of magnitude (multisyllabic color transitions on the photo), change in color when moving the microscope stage.

It is established that the morphometric characteristics of the components vary in size, but the proportional structure of the components is preserved, as evidenced by the stable value of the sphericity coefficient.

Using the methods of scanning electron microscopy and microprobe X-ray spectral analysis, the structure of the microstructure and the elemental composition of the individual constituents were established. A joint analysis of X-ray diffraction and silicate analysis revealed that the composition of sample material, %: SiO₂ - 39.00-41.10; TiO₂ - 0.04-0.06; Al₂O₃ - 9.00-9.70; Fe₂O₃ (total) - 0.05-0.15; P₂O₅ no more than 0.01, Na₂O - 0.04-0.47; K₂O - 7.20-8.90; CaO - 0.80-3.20; MgO - 27.2-29.2; S (sulfur sulfide) not more than 0.01; SO₃ (sulfur sulfate) - 0.07-0.20; CO₂ - 0.11-0.31, F - 9.35-11.67. Phase composition, wt. %: fluorophlogopite - 86.7-89.9 %, accompanying phases (ortho- and clinopyroxenes

humite mineral phases and plagioclase) - 5.0-7.0 %, glass-phase - 5.1-7.2 %. Samples of potassium fluorophlogopite have been identified meet the requirements of the technological regulations of the enterprise and correspond to TU 5714-489-05785388.

Keywords: fluorophlogopite, sludkrystalline material, stone casting, petrology, production organization, silicate analysis, image analysis, structure morphology, pilot production, petrographic analysis

Введение

В настоящее время предприятие ПАО «ВСМПО-АВИСМА» (г. Березники) реализует опытное производство изделий из калиевого фторфлогопита (ТУ 5714-489-05785388). Данный вид продукции для предприятия является новым, поэтому вопрос определения соответствия ее качества заданным техническим условиям и технологическому регламенту [1] является актуальным.

Целью исследования является идентификация материаловедческих характеристик калиевого фторфлогопита опытной партии на предмет соответствия стандарту и технологическому регламенту для организации серийного производства изделий из него.

Отправными данными для оценки соответствия продукции предприятия заданным критериям является технологический регламент [1]. В нем изложены основные требования к структуре, составу материала и его потребительским свойствам. В рамках настоящей работы интерес представляют материаловедческие характеристики, которые представлены в табл. 1.

Таблица 1

Материаловедческие характеристики калиевого фторфлогопита по технологическому регламенту

Наименование показателя	Единица измерения	Норма
Химическая формула	–	$KMg_3[Si_3AlO_{10}]F_2$
Химический состав:		
SiO ₂	мас. %	39–43
Al ₂ O ₃	мас. %	9–12
MgO	мас. %	27–30
K ₂ O	мас. %	7–9
F	мас. %	9–12
Минеральный состав, объемная доля:		
калиевый фторфлогопит	мас. %	80–90
стеклообразное вещество	мас. %	5–8
примесные материалы	мас. %	5–12
Величина кристаллов	мм	0,1–5,0

Методы и оборудование

Идентификация материаловедческих характеристик была проведена на 5 комплектах образ-

цов материала, полученного в рамках опытного производства. Каждый комплект включал в себя по 3 бруска кубической формы размером 50×50×50 мм из калиевого фторфлогопита светло-серебристого цвета (рис. 1).



Рис. 1. Образцы калиевого фторфлогопита, изготовленного в рамках опытного производства

В качестве методов идентификации материаловедческих параметров использовали растровую электронную микроскопию [2] с рентгеноспектральным микронзондовым анализом [3], петрографический [4], рентгенофазовый [5] и силикатный [6] анализы.

Исследование по методу петрографического анализа проводили с использованием оборудования пробоподготовки Discoplan-TS, RotoPol-35 с PdM-Force-2 и оптического поляризационного микроскопа Nikon Eclipse E 600 POL в соответствии с методиками ГОСТ 8269.0–97 «Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы физико-механических испытаний» и ISO 10934-1:2002 «Оптика и оптические приборы. Словарь по микроскопии». Использовали образцы в форме петрографических шлифов толщиной 20 мкм.

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) и рентгеноспектральный микронзондовый анализ проведены на микроскопе марки Hitachi S-3400N в соответствии с ГОСТ Р 8.631–2007. ГСИ. «Микроскопы электронные растровые. Методика поверки», по методу в соответствии с международным стандартом ISO 27911:2011 «Химический анализ поверхности. Растровая микроскопия» и ISO 15932:2013 «Анализ с использованием микропучка. Аналитическая электронная микроскопия».

Изображения результатов растровой электронной микроскопии и других микроскопических методов, представленных в работе, соответствуют рекомендациям ISO/TS24597:2011 «Микролучевой анализ. Растровая электронная микроскопия. Методы оценки четкости изображения», ИСО 13322-1 «Анализ гранулометрический. Методы анализа

изображений», ИСО 14488 «Материалы на основе твердых частиц. Отбор и деление проб для определения характеристик частиц».

Для анализа изображений использовали универсальное программное обеспечение ImageJ-FiJi.

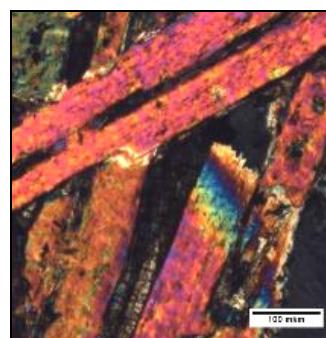
Рентгенофазовый анализ проводили дифрактометром XRD-7000 японской фирмы Shimadzu. Обработку рентгенограмм проводили с использованием программного обеспечения XRD 6000/7000 Ver. 5.21. Фазовый состав анализируемого образца определяли с использованием базы данных ICDD 2015. Проведенное исследование соответствует ГОСТ 16865–79 «Аппаратура для рентгеноструктурного и рентгеноспектрального анализов».

Силикатный анализ проводили по методикам ГОСТ 2642.0–2014 «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа»; ГОСТ 2642.2–2014 «Метод определения относительного изменения массы при прокаливании»; ГОСТ 2642.3–2014 «Методы определения оксида кремния (IV)»; ГОСТ 2642.6–97 «Методы определения оксида титана (IV)»; ГОСТ 2642.4–97 «Методы определения оксида алюминия»; ГОСТ 2642.5–97 «Методы определения оксида железа (III)»; ГОСТ 19728.9–2001 «Определение оксида марганца (II)»; ГОСТ 2642.8–97 «Методы определения оксида магния»; ГОСТ 2642.7–97 «Методы определения оксида кальция»; ГОСТ 19728.11–2001 «Определение оксидов натрия и калия»; ГОСТ 2642.9–97 «Методы определения оксида хрома (III)»; ГОСТ 2642.10–86 «Методы определения пятиоксида фосфора»; ГОСТ 23260.6–78 «Метод определения содержания серы». В отдельных случаях использовались методики, указанные в ГОСТ 8269.1–97 «Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы химического анализа».

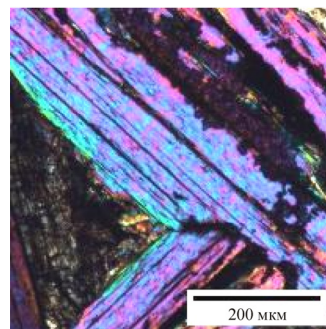
Оценку статистической значимости различий между групповыми средними показателями проводили методом определения F-критерия Фишера при заданном уровне значимости 0,05.

Результаты и их обсуждение

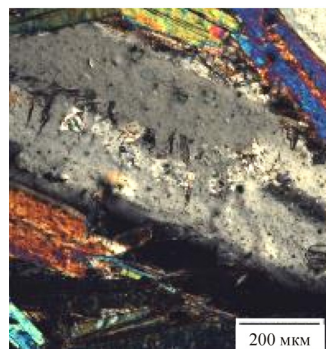
В ходе петрографического анализа были определены показатели преломления, характер спайности и общая интерференция света. Дополнительно методом анализа изображений [7] проводили оценку морфометрических параметров структурных составляющих. Это позволило установить, что все образцы имеют структуру, характерную для слоистых минералов с интенсивной многоуровневой интерференцией (рис. 2, а) и четкими линиями совершенной спайности (рис. 2, б).



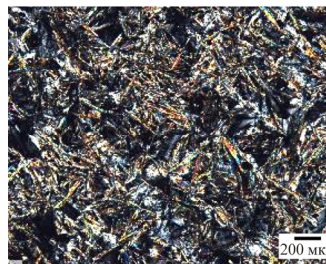
а



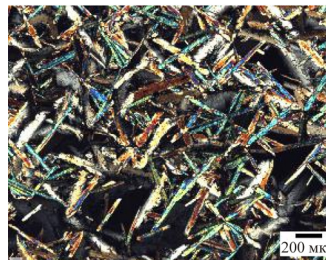
б



в



г



д

Рис. 2. Структура образцов материала при оптической микроскопии (петрографический анализ): а – многоуровневая интерференция; б – совершенная спайность; в – плагиоклаз; г – периферическая зона; д – центральная зона

Показатели преломления зафиксированы в диапазоне 1,597–1,550, что соответствует фторфлогопиту [8–10]. Структура неоднородная, с редкими выделениями плагиоклаза, орто-, клинопироксенов и стеклофазы. Составляющая плагиоклаза окрашена в серый (рис. 2, в) и бурый цвета, имеет простую интерференцию. Составляющая орто- и клинопироксена обладает несовершенной спайностью, 2-уровневой интерференцией, форма составляющих близко соотносится с формой составляющих фторфлогопита. Стеклофаза представлена серыми включениями с наличием следов пористости. Во всех образцах обнаруживается статистически значимая разница морфометрических показателей структуры между размерами составляющих в периферической (рис. 2, з) и центральной зонах (рис. 2, д) образца.

Морфометрические характеристики структурных составляющих изученных образцов представлены в табл. 2. В результате петрографического анализа все образцы идентифицированы как калиевый фторфлогопит по следующим признакам: показатели преломления, равные 1,597 и 1,550; совершенная спайность [11–13] – (001), параллельные полосы вдоль зерен; интерференция 2–3-го порядка (многоцветные цветовые переходы на фото); изменение цветовой окраски при перемещении предметного столика микроскопа.

Различия между образцами заключаются в морфометрических параметрах структурных составляющих, указанных в табл. 2. Примечательно, что практически во всех образцах наблюдается разница в размерах структурных составляющих, идентифицированных как фторфлогопит, между периферической и центральной зонами, между об-

разцами разница подтверждается в 3 случаях, при этом коэффициент сферичности [14] остается стабильным и составляет 0,37–0,50.

Таблица 2

Характеристика структуры образцов фторфлогопита

Номер группы образца	Протяженность зерна фторфлогопита в центральной зоне ¹ , мкм	Протяженность зерна фторфлогопита в периферической зоне, мкм	Коэффициент сферичности зерна фторфлогопита ϕ , у.е.
1	▲ 890,29±9,70	915,00±10,11	0,37±0,05
2	● 615,74±8,80	1015,52±14,25	0,41±0,02
3	◆ 107,25±5,25	350,45±10,15	0,45±0,04
4	◆ 110,56±8,74	244,63±8,76	0,44±0,06
5	■ 72,33±3,80	210,11±5,14	0,48±0,04

Примечание. ¹ Отличие от данных по периферической зоне ($F_{6,4} = 8,8$; $p = 0,0292$); ▲ отличается от образца № 2 ($F_{3,45} = 4,55$; $p = 0,0607$); ● отличается от образца № 5 ($F_{3,45} = 148,9$; $p = 0,0025$); ■ отличается от образца № 1 ($F_{3,01} = 39,26$; $p = 0,0002$); ◆ нет достоверных отличий.

Методами растровой электронной микроскопии и рентгеноспектральным микрозондовым анализом были установлены характер строения микроструктуры и элементный состав отдельных составляющих [15–16] исследуемого материала. Структура образцов состоит из пластинчатых вытянутых образований, ориентированных под углом друг к другу. Они имеют слоистое строение (рис. 3, а). Несмотря на совершенную спайность,

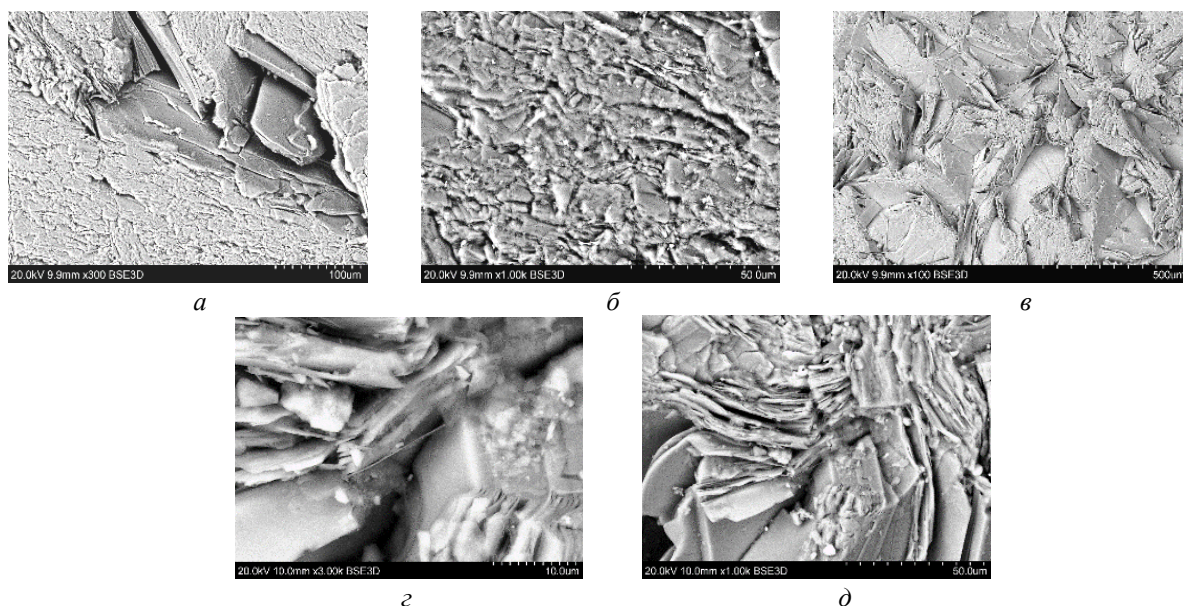


Рис. 3. Структура образцов материала калиевого фторфлогопита, зафиксированная при РЭМ: а – слоистые агрегаты; б – микротрещины; в – слои с сохраненной целостностью; г – расщепление слоев; д – срастание пластинчатых агрегатов

Элементный состав основной фазы образцов

Содержание элемента, мас. %	Номер группы образца				
	1*	2**	3	4	5***
O	37,00±0,90	36,53±0,10	37,52±0,80	38,46±1,05	38,02±1,25
F	11,10±0,80	11,19±0,20	13,37±0,50	13,29±0,90	13,07±1,20
Na	0,70±0,30	0,79±0,45	1,09±0,04	0,80±0,02	0,69±0,03
Mg	18,20±0,10	18,12±0,22	17,13±0,07	16,98±1,25	16,83±1,20
Al	6,20±0,20	6,14±0,17	5,45±0,08	5,39±0,08	5,35±0,90
Si	17,00±0,50	16,83±0,40	15,25±1,02	15,68±1,15	15,35±0,80
S	0,30±0,01	0,40±0,01	0,40±0,02	0,50±0,03	0,50±0,04
K	8,40±0,07	8,12±0,09	7,92±0,25	7,89±0,74	8,51±0,60
Ca	0,90±0,009	1,09±0,01	0,99±0,009	0,90±0,01	0,79±0,03
Fe	0,06±0,01	0,04±0,009	0,02±0,007	0,05±0,009	0,04±0,008
P	0,004±0,001	0,004±0,001	0,004±0,001	0,004±0,001	0,004±0,001

Примечание. * Достоверно отличается [17] от образца № 2 ($F_{5,05} = 8,82$; $p = 0,016$); ** достоверно отличается от образца № 5 ($F_{5,05} = 13,95$; $p = 0,0058$); *** достоверно отличается от образца № 1 ($F_{5,05} = 54,76$; $p = 0,0002$).

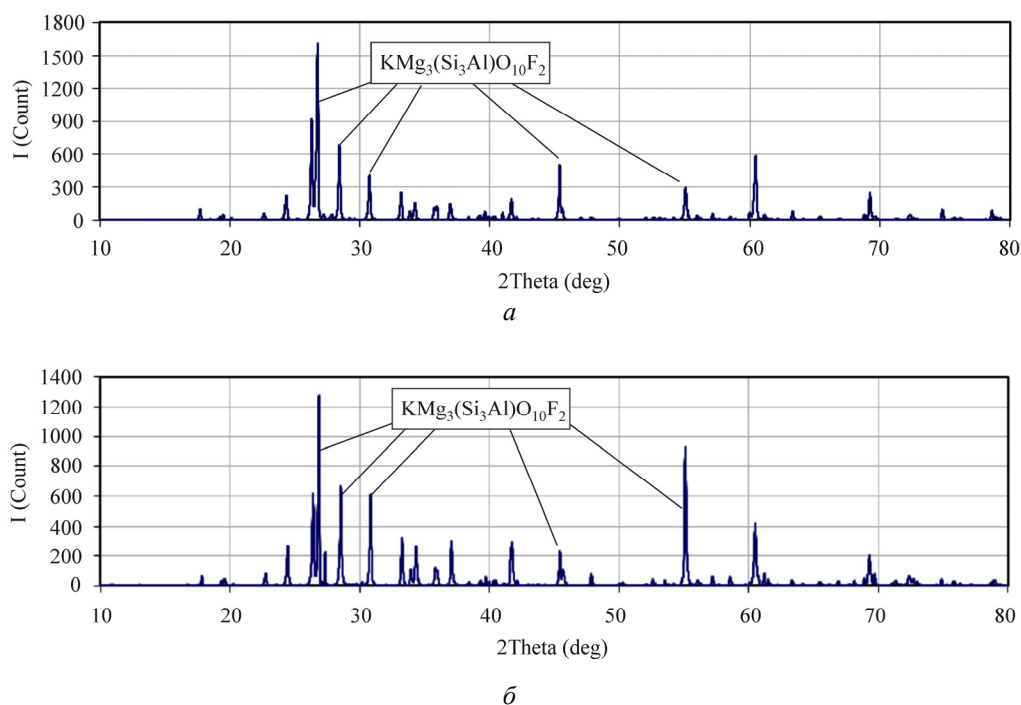


Рис. 4. Рентгенограмма образцов калиевого фторфлогопита после сглаживания, вычитания фона и отделения $K\alpha_2$ составляющей излучения

в слоях присутствуют многочисленные микротрещины (рис. 3, б). В отдельных случаях слои сохраняют целостность и расщепленность (рис. 3 в, г). Наличие микроразрушений наблюдается на участках срастания пластин (рис. 3, д). Для структурных составляющих установлен элементный состав (табл. 3).

Основные фазы, обладающие пластинчато-слоистым строением, содержат фтор (F) в диапазоне 10,2–13,5 %, что указывает на принадлежность к слюдам, соответствующим по основным признакам фторфлогопиту. Статистически значимая раз-

ница [18–19] в содержании фтора наблюдается между образцами № 1, 2 и 5 (см. табл. 3).

В ходе исследования методом рентгенофазового анализа определяли кристаллохимические формулы структурных составляющих и их кристаллохимические параметры – межплоскостное расстояние и угол дифракции.

На рис. 4 представлены рентгенограммы образцов после сглаживания, вычитания фона и отделения $K\alpha_2$ составляющей излучения. Основная фаза во всех исследованных образцах

соответствует кристаллохимической формуле $KMg_3(Si_3Al)O_{10}F_2$, подтверждается 6 пиками и кристаллоструктурными параметрами (табл. 4). Номенклатура сопутствующих фаз включает в себя силикаты, гумитовые минералы, соли фтора и некоторые оксиды $((Na,Ca)_{0,3}Al_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$, $Na_3(Al_2,Mg_3)(Si_7Al)O_{22}(OH,F)_2$, $Ca_3Al_2(SiO_4)_2(OH)_4$, $Ca_3Fe_3(SiO_4)_3$, $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$, $K_2Ca(SO_4)_3$, FeO , $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$, $Fe_2Si_4O_{10}(OH)_2$, FeS , Fe_2O_3 , K_2SiF_6).

В ходе исследования методом силикатного анализа определяли оксидный состав материалов, нерастворимый остаток и потери при прокаливании. Методом физико-химических расчетов в результатах анализа было учтено содержание фтора, ранее установленное рентгеноспектральным микронзондовым анализом. Результаты силикатного анализа и методики расчета по методу CIPW [20] (В. Кросс, Дж. Иддингс, Л. Пирсон и Г. Вашингтон, 1903 г.) позволяют установить фазовый состав полученных образцов, представленный в табл. 6.

Таблица 4

Информация о пиках на рентгенограммах образцов калиевого фторфлогопита после сглаживания

<2Theta>	<d>	<I>	<I/I ₀ >
17,7928	4,98098	96	6
19,3324	4,58764	32	2
19,5525	4,53649	49	3
20,2047	4,39150	17	1
22,6998	3,91412	62	4
24,3891	3,64670	225	14
26,3524	3,37930	924	57
26,7890	3,32521	1611	100
27,2713	3,26749	54	3
27,8750	3,19808	45	3
28,4826	3,13122	681	42
29,2493	3,05087	19	1
30,7888	2,90173	410	25
33,2214	2,69461	252	16
33,9046	2,64185	82	5
34,2860	2,61333	154	10
35,8072	2,50572	115	7

Примечание. <2Theta> – угол дифракции рентгеновского луча в градусах, <d> – межплоскостное расстояние в ангстремах, <I> – интенсивность пика в импульсах, <I/I₀> – отношение интенсивности данного пика к интенсивности максимального пика в %.

Таблица 5

Химический состав калиевого фторфлогопита по результатам силикатного анализа

Параметр анализа	Номер группы образцов					
	1	2	3	4	5	
Нерастворимый остаток, мас. %	86,06	91,53	91,22	89,95	91,44	
Содержание, мас. %	SiO ₂	41,10	39,20	39,24	39,00	39,55
	TiO ₂	0,06	0,05	0,05	0,04	0,04
	Al ₂ O ₃	9,13	9,43	9,32	9,70	9,00
	Fe ₂ O ₃ (общ.)	0,15	0,09	0,05	0,13	0,09
	P ₂ O ₅	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
	Na ₂ O	0,40	0,46	0,45	0,40	0,45
	K ₂ O	7,30	8,72	8,20	8,60	8,90
	CaO	1,20	1,70	1,20	1,15	0,80
	MgO	29,20	27,20	27,83	27,30	27,20
	S (сера сульфидная)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
	SO ₃ (сера сульфатная)	0,03	0,18	0,10	0,07	0,15
	CO ₂	0,11	0,15	0,20	0,08	0,11
	F	10,10	11,40	11,67	11,50	11,50
п.п.п	1,20	1,40	1,67	2,01	2,19	

Таблица 6

Фазовый состав образцов калиевого фторфлогопита по результатам аналитического расчета

Содержание фазы, мас. %	Номер группы образцов				
	1	2	3	4	5
Основная $KMg_3(Si_3Al)O_{10}F_2$	87,40	88,50	89,90	88,70	88,90
Сопутствующие	5,40	5,20	5,00	5,80	5,20
Стеклофаза	7,20	6,30	5,10	5,50	5,90

Выводы

Таким образом, идентифицированы материалые характеристики опытной партии калиевого фторфлогопита. Установлены фазовый и химический составы материала образцов. Состав материала образцов, мас. %: SiO₂ – 39,00–41,10; TiO₂ – 0,04–0,06; Al₂O₃ – 9,00–9,70; Fe₂O₃ (общ.) – 0,05–0,15; P₂O₅ не более 0,01, Na₂O – 0,04–0,47; K₂O – 7,20–8,90; CaO – 0,80–3,20; MgO – 27,2–29,2; S (сера сульфидная) не более 0,01; SO₃ (сера сульфатная) – 0,07–0,20; CO₂ – 0,11–0,31, F – 9,35–11,67. Расчетным методом установлен фазовый состав, мас. %: фторфлогопит – 86,7–89,9 %, сопутствующие фазы (орто- и клинопироксены, гумитовые минеральные фазы и плагиоклаз) – 5,0–7,0 %, стеклофаза – 5,1–7,2 %. Установлено, что морфо-

метрические характеристики составляющих изменяются по размеру, но при этом сохраняется пропорциональное строение составляющих, о чем свидетельствует стабильное значение коэффициента сферичности.

Опытная партия калиевого фторфлогопита отвечает требованиям технологического регламента предприятия, соответствует ТУ 5714-489-05785388 и даст «дорогу» для перехода выпуска изделий из калиевого фторфлогопита из категории опытного производства в серийное.

Список литературы

1. Производство камнелитых фторфлогопитовых изделий: Технологический регламент / М.В. Юдин, О.А. Галкина, В.Г. Одинцов, А.М. Игнатова, М.Н. Игнатов. – Пермь; Березники: Гармония, 2017. – 146 с.

2. Функциональная и технологическая схема производства фторфлогопитовых изделий / М.В. Юдин, М.М. Николаев, А.М. Игнатова, М.Н. Игнатов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение. Материаловедение. – 2017. – № 2. – С. 47–56.

3. Последовательность фазово-структурных превращений при плавке фторфлогопитовой шихты / М.В. Юдин, М.М. Николаев, А.М. Игнатова, М.Н. Игнатов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение. Материаловедение. – 2018. – № 1. – С. 42–52.

4. Изучение анизотропности симиналов фторфлогопитового типа методами матричного и динамического наноиндентирования / А.М. Игнатова, М.В. Юдин, М.М. Николаев, М.Н. Игнатов // Вестник Пермского государственного технического университета. Машиностроение. Материаловедение. – 2012. – Т. 17, № 4. – С. 22–29.

5. Игнатова А.М., Наумов С.В. Подготовка прозрачных шлифов синтетических минеральных сплавов для оценки их структуры // Вестник Пермского государственного технического университета. Машиностроение. Материаловедение. – 2010. – Т. 13, № 2. – С. 127–133.

6. Волокитин О.Г., Верещагин В.И. Особенности физико-химических процессов получения высокотемпературных силикатных расплавов // Известия вузов. Химия и химическая технология. – 2013. – Т. 56, № 8. – С. 71–76.

7. Определение морфометрических характеристик микродисперсной системы оксида алюминия методом анализа изображений / А.М. Игнатова, М.А. Землянова, М.С. Степанко, М.Н. Игнатов // Программные системы и вычислительные методы. – 2017. – № 3. – С. 70–85.

8. Направления комплексного использования отходов добычи флогопита / С.В. Терещенко, С.А. Алексеева, И.П. Кременецкая [и др.] // Экологическая стратегия развития горнодобывающей отрасли – формирование нового мировоззрения в освоении природных ресурсов: сб. докл. Всерос. науч.-техн. конф. с участием иностр. специалистов, 13–15 октября 2014 г.: в 2 т. – СПб.: Реноме, 2014. – Т. 1. – С. 272–279.

9. Зосин А.П., Кошкина Л.Б., Кременецкий В.Г. Влияние гидратации на технические свойства флогопита Ковдорского месторождения // Геология неметаллических полезных ископаемых Кольского полуострова. – Апатиты, 1982. – С. 125–133.

10. Зосин А.П., Кременецкий В.Г., Кошкина Л.Б. О признаках начальной стадии гидратации // Силикатные материалы из минерального сырья. – Л.: Наука, 1983. – С. 119–124.

11. Способ оценки допустимых сроков хранения отбитого флогопита / А.П. Зосин, В.Г. Кременецкий, Л.Б. Кошкина, Ю.Т. Комаров. – Л.: Наука, 1983. – С. 124–128.

12. Булатов Ф.М. Исследование кристаллохимических особенностей природных цеолитов для решения вопросов технологической минералогии. Разведка и охрана недр. – 2009. – № 12. – С. 51–53.

13. Условия образования флогопита при взаимодействии карбонатных расплавов с перидотитами субкратонной литосферы / А.Г. Сокол, А.Н. Крук, Д.А. Чеботарев, Ю.Н. Пальянов, Н.В. Соболев // ДАН. – 2015. – Т. 462, № 6. – С. 696–700.

14. Zhou B., Wang J. Generation of a realistic 3D sand assembly using X-ray micro-computed tomography and spherical harmonic-based principal component analysis // Int. J. Numer. Analyt. Methods Geomech. – 2017. – Vol. 41, № 1. – С. 93–109.

15. Определение морфометрических характеристик микродисперсной системы оксида алюминия методом анализа изображений / А.М. Игнатова, М.А. Землянова, М.С. Степанко, М.Н. Игнатов // Программные системы и вычислительные методы. – 2017. – № 3. – С. 70–85.

16. Игнатова А.М., Верещагин В.И. Применение метода анализа изображений в исследовании и статистической оценке параметров частиц твердой составляющей сварочных аэрозолей силикатного и оксидного состава // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2017. – № 1. – С. 41–57.

17. Голопузов Е.Н., Шадринцев А.И. Факторный анализ и математическое обоснование в его реализации // Экономический анализ: теория и практика. – 2006. – № 6. – С. 19–28.

18. Nysen R., Aerts M., Faes C. Testing goodness-of-fit of parametric models for censored data // Statistics in Medicine. – 2012. – Vol. 31. – P. 2374–2385.

19. Статистический анализ данных, моделирование и исследование вероятностных закономерностей. Компьютерный подход: моногр. / Б.Ю. Лемешко [и др.]. – Новосибирск: Изд-во Новосиб. гос. техн. ун-та, 2011. – 888 с.

20. González-Guzmán R. NORRRM: a free software to calculate the cipw norm // Open Journal of Geology. – 2016. – № 6. – P. 30–38.

References

1. M.V. Iudin, O.A. Galkina, V.G. Odintsov, A.M. Ignatova, M.N. Ignatov *Proizvodstvo kamnелitykh fторфлогopitovykh izdelii: Tekhnologicheskii reglament* [Production

of kamnelity ftorflogopitovy products]. Perm'; Berezniki: Garmonia, 2017, 146 p.

2. Iudin M.V., Nikolaev M.M., Ignatova A.M., Ignatov M.N. Funktsional'naiia i tekhnologicheskaiia skhema proizvodstva ftorflogopitovykh izdelii [Function and technological chart of production of ftorflogopitovy products]. *Vestnik Permskogo natsional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie. Materialovedenie*, 2017, no. 2, pp. 47–56.

3. Posledovatel'nost' fazovostрукturnykh prevrashchenii pri plavke ftorflogopitovoi shikhty / M.V. Iudin, M.M. Nikolaev, A.M. Ignatova, M.N. Ignatov // *Vestnik Permskogo natsional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie. Materialovedenie*. – 2018. – № 1. – S. 42–52.

4. Ignatova A.M., Iudin M.V., Nikolaev M.M., Ignatov M.N. Izuchenie anizotropnosti siminalov ftorflogopitovogo tipa metodami matrichnogo i dinamicheskogo nanoindentirovaniia [Studying of anisotropism of siminal of ftorflogopitovy type by methods of a matrix and dynamic nanoindentirovaniye]. *Vestnik Permskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie. Materialovedenie*, 2012, vol. 17, no. 4, pp. 22–29.

5. Ignatova A.M., Naumov S.V. Podgotovka prozrachnykh shlifov sinteticheskikh mineral'nykh splavov dlia otsenki ikh struktury [Preparation of transparent shlif of synthetic mineral alloys for assessment of their structure]. *Vestnik Permskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie. Materialovedenie*, 2010, vol. 13, no. 2, pp. 127–133.

6. Volokitin O.G., Vereshchagin V.I. Osobennosti fiziko-khimicheskikh protsessov polucheniia vysokotemperaturnykh silikatnykh rasplavov [Features of physical and chemical processes of receiving high-temperature silicate fusions]. *Izvestiia vuzov. Khimiia i khimicheskaiia tekhnologiia*, 2013, vol. 56, no. 8, pp. 71–76.

7. Ignatova A.M., Zemlianova M.A., Stepanko M.S., Ignatov M.N. Opredelenie morfometricheskikh kharakteristik mikrodispersnoi sistemy oksida aliuminiia metodom analiza izobrazhenii [Definition of morphometric characteristics of microdisperse system of oxide of aluminum by method of the analysis of images]. *Programmnye sistemy i vychislitel'nye metody*, 2017, no. 3, pp. 70–85.

8. Tereshchenko S.V., Alekseeva S.A., Kremenetskaia I.P. Napravleniia kompleksnogo ispol'zovaniia otkhodov dobychi flogopita [Directions of complex use of waste of extraction of phlogopite]. *Ekologicheskaiia strategiiia razvitiia gornodobyvaiushchei otrasli – formirovanie novogo mirovozzreniia v osvoenii prirodnykh resursov: sbornik dokladov Vserossiiskoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii s uchastiem inostrannykh spetsialistov, 13–15 oktiabria, 2014*. Saint-Petersburg: Renome, 2014, vol. 1, pp. 272–279.

9. Zosin A.P., Koshkina L.B., Kremenetskii V.G. Vliianie gidratatsii na tekhnicheskie svoistva flogopita Kovdorskogo mestorozhdeniia [Influence of hydration on technical properties of phlogopite of the Kovdor field]. *Geologiia nemetallicheskikh poleznykh iskopaemykh Kol'skogo poluostrova*. Apatity, 1982, pp. 125–133.

10. Zosin A.P., Kremenetskii V.G., Koshkina L.B. O priznakakh nachal'noi stadii gidratatsii [About signs of an

initial stage of hydration]. *Silikatnye materialy iz mineral'nogo syr'ia*. Leningrad: Nauka, 1983, pp. 119–124.

11. Zosin A.P., Kremenetskii V.G., Koshkina L.B., Komarov Iu.T. Sposob otsenki dopustimyykh srokov khraneniia otbitogo flogopita [A way of assessment of admissible periods of storage of the beaten-off phlogopite]. Leningrad: Nauka, 1983, pp. 124–128.

12. Bulatov F.M. Issledovanie kristallokhimicheskikh osobennostei prirodnykh tseolitov dlia resheniia voprosov tekhnologicheskoi mineralogii. Razvedka i okhrana neдр [Research of kristallokhimicheskyy features of natural zeolites for the solution of questions of technological mineralogy. Investigation and protection of a subsoil], 2009, no. 12, pp. 51–53.

13. Sokol A.G., Kruk A.N., Chebotarev D.A., Pal'ianov Iu.N., Sobolev N.V. Usloviia obrazovaniia flogopita pri vzaimodeistvii karbontitovykh rasplavov s peridotitami subkratonnoi litosfery [Conditions of formation of phlogopite at interaction of karbontitovy fusions with peridotites of a subkratonny lithosphere]. *DAN*, 2015, vol. 462, no. 6, pp. 696–700.

14. Zhou B., Wang J. Generation of a realistic 3D sand assembly using X-ray micro-computed tomography and spherical harmonic-based principal component analysis. *Int. J. Numer. Analyt. Methods Geomech.*, 2017, vol. 41, no. 1, pp. 93–109.

15. Ignatova A.M., Zemlianova M.A., Stepanko M.S., Ignatov M.N. Opredelenie morfometricheskikh kharakteristik mikrodispersnoi sistemy oksida aliuminiia metodom analiza izobrazhenii [Definition of morphometric characteristics of microdisperse system of oxide of aluminum by method of the analysis of images]. *Programmnye sistemy i vychislitel'nye metody*, 2017, no. 3, pp. 70–85.

16. Ignatova A.M., Vereshchagin V.I. Primenenie metoda analiza izobrazhenii v issledovanii i statisticheskoi otsenke parametrov chastits tverdoi sostavliaiushchei svarochnykh aerorozlei silikatnogo i oksidnogo sostava [Application of a method of the analysis of images in a research and statistical assessment of parameters of particles of a firm component of welding aerosols of silicate and oxidic structure]. *Vestnik Permskogo natsional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*, 2017, no. 1, pp. 41–57.

17. Golopuzov E.N., Shadrintsev A.I. Faktornyi analiz i matematicheskoe obosnovanie v ego realizatsii [The factorial analysis and mathematical justification in his realization]. *Ekonomicheskii analiz: teoriia i praktika*, 2006, no. 6, pp. 19–28.

18. Nysen R., Aerts M., Faes C. Testing goodness-of-fit of parametric models for censored data. *Statistics in Medicine*, 2012, vol. 31, pp. 2374–2385.

19. Lemesheko B.Iu. Statisticheskii analiz dannykh, modelirovanie i issledovanie veroiatnostnykh zakonmerostei. Komp'yuternyi podkhod: monogr. [Statistical analysis of data, modeling and research of probabilistic regularities. Computer approach]. Izdatel'stvo Novosibirskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta, 2011, 888 p.

20. González-Guzmán R. NORRRM: a free software to calculate the cipw norm. *Open Journal of Geology*, 2016, no. 6, pp. 30–38.

Получено 15.08.2018

Об авторах

Юдин Максим Владимирович (Березники, Россия) – аспирант, заместитель директора по фторфлогопитовому литью ООО «АВИСМА-Спецремонт»; e-mail: yudinmax1313@yandex.ru.

Игнатова Анна Михайловна (Пермь, Россия) – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник Института безопасности труда, производства и человека Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: anutapages@gmail.com.

Игнатов Михаил Николаевич (Пермь, Россия) – доктор технических наук, профессор кафедры сварочно-го производства и технологии конструкционных материалов Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: iampstu@gmail.com.

About the authors

Maxim V. Yudin (Berezniki, Russian Federation) – Postgraduate Student, Deputy Director for Fluorophilic Casting, LLC "AVISMA-Spetsremont"; e-mail: yudinmax1313@yandex.ru.

Anna M. Ignatova (Perm, Russian Federation) – Ph.D. in Technical Sciences, Leading Researcher, Occupational Safety Institute, Production and Human, Perm National Research Polytechnic University; e-mail: anutapages@gmail.com.

Mikhail N. Ignatov (Perm, Russian Federation) – Doctor of Technical Sciences, Professor, Department of Welding Engineering and of Materials of Construction Technology, Perm National Research Polytechnic University; e-mail: iampstu@gmail.com.