

**OCENA KVALITETA SINTEROVANOG PIROFILITA PRIMENOM
METODE ISPITIVANJA KAVITACIONE OTPORNOSTI**

**QUALITY ASSESSMENT OF SINTERED PYROPHYLLITE USING
THE METHOD OF CAVITATION RESISTANCE TESTING**

Ljubiša Andrić
ITNMS Beograd,
Franše d'Espercy 86,
11000 Beograd, Srbija

Marko Pavlović
Kontrol Inspekt, D.O.O.,
Mladena Mitrića 12,
11030 Belgrade, Serbia

Marina Dojčinović
Sladana Jezdimirović
Branka Purić
Univerzitet u Beogradu,
Tehnološko-metalurški fakultet,
Karnegijeva 4, 11000 Beograd, Srbija,

Aleksandar Cvetković
Univerzitet u Beogradu
Građevinski Fakultet,
Bulevar kralja Aleksandra 73,
11000 Beograd, Srbija

SAŽETAK

Pirofilit je mineralna sirovina pogodna za izradu šireg spektra proizvoda i primenu u različitim granama privrede (građevinarstvu, poljoprivredi, industriji hartije). Tehnologija prerade stena pirofilita je ekološki čista, a proizvodi dobijeni tehnološkom preradom pirofilita nisu kancerogeni. U radu su ispitivani uzorci pirofilita sinterovani na temperaturi 1150 °C. Polazni uzorak pirofilita dobijen je iz ležišta Parsović-BiH. Eksperimentalno je određena otpornost ovog vatrostalnog uzorka na dejstvo kavitacije primenom ultrazvučne vibracione metode sa stacionarnim uzorkom prema standardu ASTM G32. Na osnovu vrednosti kavitacione brzine i analize morfologije oštećenja površine određena je otpornost na dejstvo kavitacije ispitivanog uzorka na bazi pirofilita i procenjena mogućnost njihove primene u hidrodinamičkim uslovima eksploatacije u kojima se očekuje pojava kavitacije.

Ključne reči: pirofilit, kavitaciono oštećenje, gubitak mase, skenirajuća elektronska mikroskopija

ABSTRACT

Pyrophyllite is a mineral raw material suitable for the production of a wider range of products and application in various branches of the economy (construction, agriculture, paper industry). The technology of pyrophyllite rock processing is ecologically clean, and the products obtained by technological processing of pyrophyllite are not carcinogenic. The paper tested pyrophyllite sample sintered at temperaturi 1150 °C. Initial sample of pyrophyllite were obtained from the Parsović-BiH deposit. The resistance of these refractory sample to the action of cavitation was determined experimentally using the ultrasonic vibration method with a stationary sample according to the ASTM G32 standard. Based on the value of cavitation velocity and analysis of surface damage morphology, the resistance to cavitation of these sample based on pyrophyllite was determined and the possibility of their application in hydrodynamic operating conditions in which cavitation is expected was assessed.

Key words: pyrophyllite, cavitation damage, mass loss, scanning electron microscopy.

1. UVOD

Silikatni mineral pirofilit pripada grupi talk. Posедуje karakterističnu mekoću talka i kristalnu strukturu. Za razliku od talka ovaj mineral se retko nalazi u prirodi. Pirofilit je aluminijum-silikatni hidroksid ($\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) koji može da se pojavi u dve kristalne varijante: listasta i kompaktna struktura. Uobičajene nečistoće koje se javljaju kod ovog minerala su kvarc, dijabaz, boksit, pirit. Prečišćavanje i priprema rude pirofilita je komplikovana zbog izdvajanja pirita koji snižava performanse pirofilita [1-4].

Osnovna fizičko-hemijska i mineraloška svojstva pirofilita (mala tvrdoća, gustina, dobra meljivost, mali koeficijent toplotne provodljivosti, mali koeficijent linearnog termičkog širenja, velika sposobnost nalepljivanja i oblaganja površina, visoka tačka topljenja, visoka inertnost, tj. otpornost prema kiselinama, alkalijama i zagrevanju) kao i postojanje potencijalne sirovinske baze, uticali su na izbor ove nemetalne sirovine za istraživanja mogućnosti primene za dobijanje širokog spektra proizvoda za različite industrijske grane [5,6].

U radu je ispitivana mogućnost primene sinterovanih uzoraka pirofilita u uslovima dejstva kavitacije. Za ocenu kvaliteta ove vrste vatrostalnih materijala određena je kavitaciona otpornost uzoraka primenom ultrazvučne vibracione metode sa stacionarnim uzorkom. Ocena nastajanja i razvoja oštećenja površine uzoraka sinterovanog pirofilita vršena je primenom skenirajuće elektronske mikroskopije.

2. EKSPERIMENTALNI DEO

Za istraživanje ponašanja pirofilita u uslovima dejstva kavitacije, polazni uzorak stene pirofilita iz ležišta Paršović-Konjic, BiH, je mleven na veličinu zrna 20 μm , homogeniziran je, a zatim je presovan uzorak prečnika \varnothing 20 mm u laboratorijskoj presi pod pritiskom 1 MPa. Sinterovanje uzorka vršeno je na temperaturi 1150°C /1h.

Rendgenska difrakciona analiza korišćena je za određivanje i praćenje faznog sastava ispitivanih uzoraka pirofilita. Uzorak je analiziran na rendgenskom difraktometru marke "PHILIPS", model PW-1710. Morfološka i kvantitativna hemijska analiza uzorka urađena je na skenirajućem elektronskom mikroskopu (uređaj "JEOL" JSM 6610LV).

Za procenu otpornosti na dejstvo kavitacije uzorka pirofilita, praćena je promena mase uzorka u funkciji vremena delovanja kavitacije. U laboratorijskim uslovima, primenjena je ultrazvučna vibraciona metoda (sa stacionarnim uzorkom) prema standardu ASTM G32. Ultrazvučna vibraciona metoda je bazirana na stvaranju i imploziji kavitacionih mehura na površini uzorka i merenju gubitka mase uzorka u toku vremena izlaganja dejstvu kavitacije. Standard ASTM G32 definiše uslove i proces ispitivanja, pripremanje uzorka i interpretaciju rezultata [7, 8]. Metoda ispitivanja sa stacionarnim uzorkom se koristi za ispitivanje otpornosti na dejstvo kavitacije tvrdih i krutih materijala na kojima se ne može narezivati navoj. U ovom slučaju, uzorak je fiksiran držačima koji se nalaze na dnu vodenog kupatila. U toku ispitivanja napajanje električnom energijom vrši se preko generatora visokofrekventne struje izlazne snage 360 W, koji generiše struju čija je frekvencija 20-50 kHz i koja se održava konstantnom tokom ispitivanja. Strujom visoke frekvencije vrši se napajanje elektrostrikcionog pretvarača-konvertora u kome se preko piezo-električnog elementa (cirkonijum-titanat) struja visoke frekvencije pretvara u mehaničke vibracije. Amplituda ovih vibracija se pomoću koncentratora, kruto vezanog za pretvarač povećava u odnosu 1:8. Koncentrator mehaničkih vibracija prečnika \varnothing 16 mm, svojim donjim krajem uronjen je u vodeno kupatilo.

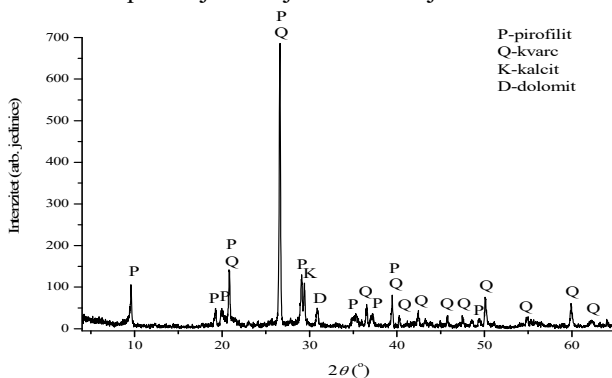
Uzorak koji se ispituje se postavlja ispod čeonu površine koncentratora vibracija sa zazorom. Ispod čeonu površine koncentratora i stacionarnog ispitivanog uzorka, obrazuje se kavitaciona zona. Voda u vodenom kupatilu hladi uzorak i održava njegovu temperaturu konstantnom. Stalnim protokom vode stvara se polje pritiska koje podstiče imploziju kavitacionih mehura na

površini ispitivanog uzorka. Navedeni parametri su kontrolisani i održavani na zadatom nivou tokom procesa ispitivanja. Interval izlaganja uzorka i ukupno vreme ispitivanja bili su prilagođeni ponašanju uzoraka u toku eksperimenata. Vreme ispitivanja uzoraka pirofilita bilo je (min): 15; 30; 45; 60. Posle svakog intervala ispitivani uzorak je sušen na 110°C jedan sat do konstantne mase, a zatim je vršeno merenje mase uzoraka korišćenjem analitičke vage sa preciznošću od $\pm 0,1$ mg. Rezultati oštećenja su prikazani na dijagramu gubitka mase tako što se na ordinatu nanose vrednosti gubitka mase, dok se na apscisu nanose vrednosti za vreme izlaganja materijala dejstvu kavitacije. Metodom najmanjih kvadrata tačke dijagrama aproksimirane su pravom linijom čiji tangens nagiba pokazuje gubitak mase u periodu vremena delovanja kavitacije, što predstavlja kavitacionu brzinu. Tačka u kojoj prava linija seče apscisu pokazuje inkubacioni period, tj. vreme koje protekne do pojave oštećenja materijala [7].

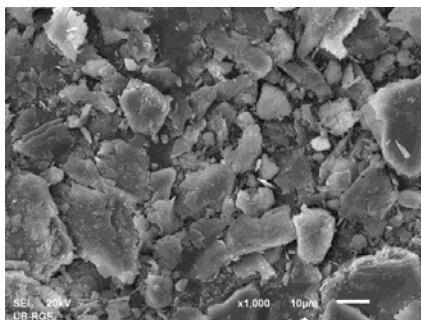
Morfologija oštećenja površine uzoraka analizirana je skenirajućim elektronskim mikroskopom. Posebna pažnja posvećena je vizuelnom ispitivanju površine uzoraka korišćenjem lupe u cilju identifikacije površinskih oštećenja. Na osnovu vrednosti kavitacione brzine i analize morfologije oštećenja površine uzoraka tumačeno je ponašanje uzorka pirofilita tokom vremena izlaganja dejstvu kavitacije, vršena je ocena postojanosti i otpornosti ispitivanih uzorka u datim uslovima ispitivanja. Ocena ponašanja ispitivanog uzorka na dejstvo kavitacije analizirana je na osnovu korelacije dobijenih rezultata ispitivanja sa strukturom (neravnomerna struktura sa zrnastim i listastim agregatima) i svojstvima pirofilita (mala tvrdoća, pre svega).

3. REZULTATI I DISKUSIJA

Procena kavitacione otpornosti sinterovanog uzorka na bazi pirofilita je obavljena prema kriterijumima: gubitak mase i povećanje hrapavosti površine. Pregledom površine ispitivanog uzorka pre izlaganja dejstvu kavitacije, primećena su manja oštećenja površine i prisustvo malih jamica na površini nastalih najverovatnije tokom izrade uzorka. Mineralni sastav uzorka pirofilita je sledeći: pirofilit, kvarc, kalcit, dolomit. Najzastupljeniji minerali su pirofilit i kvarc (slika 1). Na slici 2 prikazana je SEM mikrofotografija uzorka pirofilita sa zrnima različitih dimenzija i nepravilnih formi, sa prisustvom ljušpastih agregata. Uzorak sinterovanog pirofilita je fotografisan pre i tokom ispitivanja na dejstvo kavitacije.



Slika 1. Difraktogram praha polaznog uzorka pirofilita.



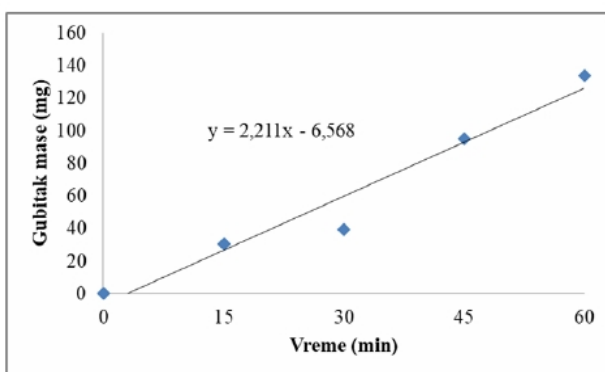
Slika 2. SEM mikrofotografija polaznog uzorka pirofilita.

Rezultati merenja gubitaka mase uzorka pod dejstvom kavitacije u toku vremena ispitivanja prikazani su u tabeli 1 i na slici 3.


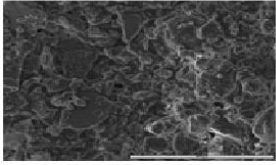

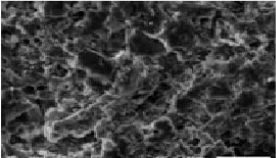

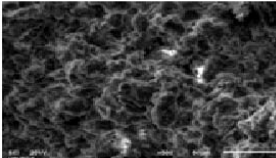
Tabela 1. Gubitak mase uzorka sinterovanog pirofilita u vremenu ispitivanja pod dejstvom kavitacije

Vreme (min)	Gubitak mase sinterovanog pirofilita na 1150°C	Kavitaciona brzina, v (mg/min)
0	0	$V=2,23$ mg/min
15	30,75	
30	39,26	
45	95,2	
60	133,6	

Površina uzorka pirofilita sinterovanog na 1150° C pre ekspozicije je ravna i glatka sa pojedinačnim sitnim jamicama nastalim tokom izrade uzorka. Tokom ekspozicije u trajanju 30 i 60 min javljaju se promene na površini uzorka, zapravo nastaju i razvijaju se različita oštećenja površine uzorka pod dejstvom kavitacije, prikazano na slici 4.



Slika 3. Kavitaciona brzina uzorka na bazi pirofilita sinterovanog na temperaturi 1150°C

<i>Vreme (min)</i>	<i>Fotografija uzoraka</i>	<i>SEM mikrofotografija uzorka</i>
0		
30		
60		

Slika 4. Fotografije i SEM mikrofotografije površine uzorka sinterovanog pirofilita tokom izlaganja dejstvu kavitacije u trajanju 30 i 60 min.

Tokom ekspozicije 30 min formiraju se nove jamice raspoređene po obodu uzorka. Već postojeće jamice nastale u procesu pripreme uzorka malo se menjaju. Daljim delovanjem kavitacije (60 min) jamice se produbljuju i delom se spajaju u veće i dublje jamice. Kavitaciona brzina uzorka je 2,23 mg/min (tabela 1), inkubacioni period je oko 5 minuta (slika 3). Na površini periferije i centra uzorka formira se veći broj jamica, koje su se tokom procesa ispitivanja spajale u veće i dublje jamice (što se vidi na fotografiji uzorka, slika 4). Jamice su većih dimenzija i ravnomerno su raspoređene po površini uzorka. Veći broj formiranih jamica doprinosi većem oštećenju površine uzorka.

4. ZAKLJUČAK

U radu su istraživani efekti primene ultrazvučne vibracione metode za određivanje kavitacionih oštećenja površine uzorka pirofilita sinterovanog na 1150° C. Cilj je bio utvrđivanje mogućnosti primene ove vrste sinterovanog materijala za dobijanje konstrukcionih elemenata opreme i primenu u uslovima u kojima je prisutna pojava kavitacije.

Kod uzorka pirofilita postoji kratak inkubacioni period u ranoj fazi dejstva kavitacije jer je period bez gubitka mase gotovo zanemarljiv. Sa povećanjem vremena ekspozicije kumulativni gubitak mase uzorka postepeno se povećava, sa pojavom većih oštećenja površine. Manja otpornost uzorka na bazi sinterovanog pirofilita može se tumačiti manjom tvrdoćom ove vrste materijala.

Na osnovu rezultata ispitivanja može se zaključiti da je moguće primeniti sinterovani uzorak na bazi pirofilita u slučaju manjih kavitacionih opterećenja.

Buduća istraživanja ove vrste mineralnih sirovina treba usmeriti na primenu mešavine prahova pirofilita sa kordijeritom, mulitom ili cirkonom, što bi omogućilo povećanje svojstava otpornosti dobijenih uzoraka na dejstvo kavitacije i veće mogućnosti primene.

Zahvalnica

Ovo istraživanje je finansirano od strane Ministarstva za prosvetu, nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije (Ugovor br. 451-03-9/2021-14/200023 i Ugovor br. 451-03-9/2021-14/200135).

5. LITERATURA

- [1] Terzic, D. Radulovic, M. Pezo, J. Stojanovic, L. Pezo, Z. Radojevic, L. Andric: Prediction model based on artificial neural network for pyrophyllite mechano-chemical activation as an integral step in production of cement binders, *Construction and Building Materials* 258 (2020) 119721.
- [2] Mukhopadhyay, T., Ghatak, S., Maiti, H.: Effect of pyrophyllite on the mullitization in triaxial porcelain system, *Ceram. Int.* 35 (2009) 1493–1500.
- [3] Sanchez-Soto, P.,: Thermal analysis of pyrophyllite transformations, *Thermochim. Acta* 138 (1989) 267–276.
- [4] Ristić, M.M., *Principi nauke o materijalima*, Srpska akademija nauka i umetnosti, Odeljenje tehničkih nauka, posebna izdanja, Knjiga 36, 1993.
- [5] Mahadi, M.I., Palaniandy, S.: Mechanochemical effect of dolomitic talc during fine grinding process in mortar grinder, *Int. J. Miner. Process.* 94 (2010) 172-179.
- [6] Andrić, L, Radulović, D., Pavlović, M., Petrov, M., Stojanović, J., *Mogućnost primene pirofilita kao punioca u vatrostalnim premazima*, *Zastita Materijala* 61 (3) 210 - 219 (2020) .
- [7] Dojčinović, M., *Razaranje materijala pod dejstvom kavitacije*, Monografija, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, str. 99, 2013, ISBN: 978-86-7401-305-2.
- [8] ASTM G32-10, *Standard Test Method for Cavitation Erosion Using Vibratory Apparatus*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, www.astm.org, n.d.