

**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'Esperey 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 piritita koji snižava performanse pirofilita [1-4].

Osnovna fizičko-hemijska i mineraloška svojstva pirofilita (mala tvdoća, 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 sirovinke baze, uticali su na izbor ove nemetalične 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 vatrootalnih 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 Parsović-Konjic, BiH, je mleven na veličinu zrna 20  $\mu\text{m}$ , 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 koncentatora, 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

Ostali legirajući elementi pospešuju dobijanje željene strukture sa dobrim mehaničkim svojstvima, kao što su: visoke vrednosti zatezne čvrstoće, napona tečenja i dinamičke čvrstoće, visoke otpornost na koroziju, kao i dobre udarna žilavosti. Dobra zavarivost ove vrste čelika postiže se niskim sadržajem ugljenika. Nizak sadržaj ugljenika u kombinaciji sa niklom obezbeđuje odličnu žilavost čelika, dok se dodatkom molibdena poboljšava njegova otpornost na koroziju. Zahvaljujući dobrim svojstvima, ovi čelici se u praksi široko primenjuju pri izradi elemenata hidroenergetske opreme, kako u gasnoj, tako i u naftnoj industriji, za izradu hirurških instrumenata, noževa i nekih reznih alata [4].



Slika 1. Mikrostruktura martenzitnog nerđajućeg čelika.

Za ispitivanje otpornosti na dejstvo kavitacije uzoraka čelika primenjena je ultrazvučna vibraciona metoda sa standardnim uzorkom, u skladu sa standardom ASTM G32 [5].

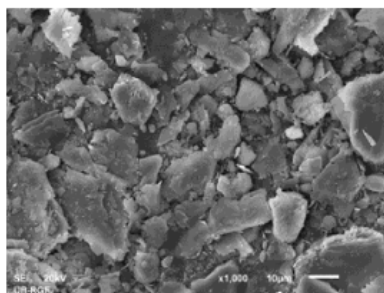
Za laboratorijska ispitivanja površina uzoraka čelika prečnika  $\phi$  16 mm pripremljena je brušenjem i poliranjem. Parametri karakteristični za ovu metodu, izabrani su u skladu sa standardom: amplituda na vrhu koncentratora 50  $\mu\text{m}$ , rastojanje između testiranog uzorka i koncentratora 0,5 mm, frekvencija vibracija 20 kHz, protok vode u kupatilu 5 – 10 ml / s i temperatura vode u kupatilu 25°C. Promene gubitka mase merene su nakon jednakih vremenskih intervala ispitivanja u trajanju od 30 min, dok je ukupno vreme ispitivanja uzoraka pod dejstvom kavitacije trajalo 240 min. Na analitičkoj vagi je meren gubitak mase i pre svakog merenja uzorak je sušen toplim vazduhom. Izračunata je kavitaciona brzina, na osnovu ukupnog gubitka mase uzorka posle ukupnog vremena ispitivanja [3, 5].

Da bi se definisala kavitaciona brzina nacrtan je dijagram *vreme ispitivanja – gubitak mase*. Na ordinatnu osu je nanošen gubitak mase nastao kavitacionim oštećenjem, dok su na apscisu naneti vremenski intervali ispitivanja. Tačke dijagrama aproksimirane su pravom linijom i to metodom najmanjih kvadrata, dok je njen nagib definisao kavitacionu brzinu [5, 6].

Primenom skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM) praćena je morfologija nastajanja i razvoja oštećenja površina uzoraka izloženih dejstvu kavitacije sa različitim vremenom ekspozicije (min): 60, 120, 180 i 240 min. Na taj način dobijena je kvalitativna ocena efekata delovanja kavitacije na svojstva otpornosti ispitivanih uzoraka.

### 3. REZULTATI I DISKUSIJA

Na slici 2. prikazan je histogram priraštaja gubitka mase nerđajućeg čelika posle svakog vremenskog intervala ispitivanja. Takođe slika 2. pokazuje i ravnomeran priraštaj gubitka mase uzoraka čelika sa povećanjem vremena izlaganja dejstvu kavitacije.



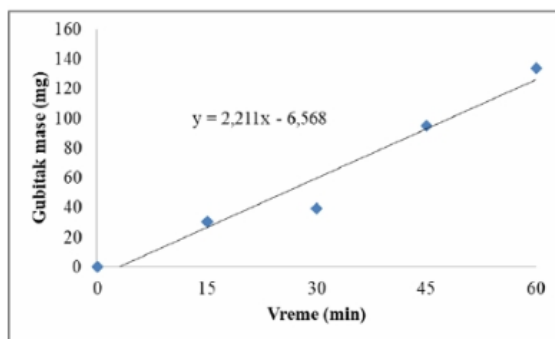
Slika 2. SEM mikrofotografija polaznog uzorka pirofilita.

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


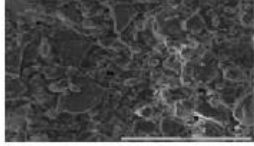

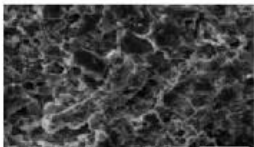

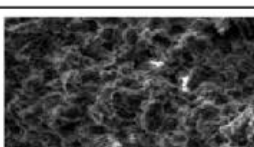
Tabela 1. Gubitak mase uzorka sinterovanog pirofilita u vremenu ispitivanja pod dejstvom kavitacije

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

Vreme (min)	Fotografija uzoraka	SEM mikrofotografija uzorka
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 uzoraka 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] Terzić, D. Radulović, M. Pezo, J. Stojanović, L. Pezo, Z. Radojević, L. Andrić: 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](http://www.astm.org), n.d.