

Ispitivanje vatrostalnih uzoraka na bazi talka i domaćeg zeolita na dejstvo kavitacije

JELENA B. MAJSTOROVIĆ NECKOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Rudarsko-geološki fakultet, Beograd

MARKO D. PAVLOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd

MARINA B. DOJČINOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd

SANJA M. MARTINOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Beograd

MILICA M. VLAHOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Beograd

TATJANA D. VOLKOV HUSOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd

Originalni naučni rad

UDC: 549.67

DOI: 10.5937/tehnika1803364M

U radu su prezentirani rezultati istraživanja korišćenja domaćeg zeolita sa ležišta „Igroš“ za izradu keramičkih uzoraka i primenu u uslovima dejstva kavitacije. Za ispitivanja su korišćeni uzorci talka sa 15% zeolita iz domaćeg ležišta IGROŠ (Brus) sinterovani na 1200°C. Za određivanje otpornosti na dejstvo kavitacije korišćena je ultrazvučna vibraciona metoda sa stacionarnim uzorkom. Gubitak mase i nivo degradacije površine uzoraka praćeni su primenom analize slike i Jungovog modula elastičnosti. Rezultati ispitivanja pokazali su dobru otpornost keramike na dejstvo kavitacije na bazi talka i zeolita što ukazuje na mogućnost primene u različitim oblastima industrije gde se očekuje prisustvo razaranja pod dejstvom kavitacije.

Ključne reči: talk, zeolit, otpornost na dejstvo kavitacije, analiza slike, Jungov modul elastičnosti

1. UVOD

U literaturi postoje brojni rezultati istraživanja otpornosti materijala na dejstvo kavitacije vezano za uticaj strukture, fizičkih i mehaničkih svojstava (čvrstoće, tvrdoće, gustine, poroznosti, uslova procesiranja). Većina studija se odnosi na metalne materijale, ali postoje i brojni radovi koji se odnose na kompozitne materijale. Keramički materijali su u tim istraživanjima daleko manje zastupljeni [1-6]. Istraživanja procesa kavitacije, mehanizama i efekata razaranja pod dejstvom kavitacije povezuje niz fenomena koji su uključeni u nastajanje oštećenja u materijalima: implorzija kavitacionog mehura, emi-

sija talasa pod pritiskom i njihovo slabljenje, formiranje mikromlaza, stvaranje jamica, kao i njihov rast do kritične veličine [7, 8]. Proučavanje ovih fenomena je veoma važno za inženjersku praksu, jer njihovo poznavanje omogućava poboljšavanje postojećih konstrukcionih rešenja elemenata koji se koriste u uslovima kavitacione erozije, kao i izbora materijala koji će biti primenjen u takvim uslovima. U okviru ovog rada biće dati rezultati ispitivanja uzorka talka sa 15% zeolita sa ležišta „Igroš“. Na osnovu dobijenih rezultata biće date preporuke da li se zeolit sa ovog ležišta može koristiti za sintezu uzorka koji bi se mogao primeniti u uslovima kavitacije. Ležišta zeolita u Srbiji su vulkanogeno-sedimentnog tipa kasno-dijageneetskog pod tipa I u sebi sadrže kalcijski klinoptilolitod 70-95%.

Istraživanja prirodnih zeolita na teritoriji Srbije su otpočela krajem šezdesetih godina prošlog veka. Ova istraživanja su se uglavnom odnosila na konstatovanje pojava [12-15]. Tek u periodu 1990-1995. godine

Adresa autora: Jelena Majstorović Necković, Univerzitet u Beogradu, Rudarsko-geološki fakultet, Beograd, Đušina 7

e-mail: jelena.majstorovic@rgf.bg.ac.rs

Rad primljen: 12.02.2018.

Rad prihvaćen: 10.04.2018.

stručnjaci D.P. „Geozavod-Nemetali“ su izdvojili više visoko perspektivnih ležišta zeolita među kojima su „Igroš“ kod Brusa, „Zlatokop“ kod Vranja i „Općište“. Na osnovu rezultata zaključeno je da je većina ležišta i pojava zeolita u Srbiji vezana za mala vulkanska ognjišta [4].

2. EKSPERIMENTALNI DEO

2. 1. Ležište zeolitisanog tufa i tufa sa zeolitom „Igroš“ kod Brusa

Ležište zeolitisanih tufova „Igroš“ se nalazi oko 8 km istočno od Brusa, a 3 km severoistočno od reke Rasine. U geomorfologiji terena izdvaja se dolina reke Rasine sa aluvionom i aluvijalnim terasama, iznad kojih se ka jugozapadu izdižu obronci Kopaonika, a na istoku obronci Jastrepca. Teren na kome su vršena geološka istraživanja je blago zatalasan i drenira ga nekoliko manjih potoka. Zeolitisan sloj tufa pruža se od severozapada prema jugoistoku i može se pratiti na dužini od 1,5 km.

Rudno polje „Igroš-Vidojević“ nalazi se u istočnom i severoistočnom delu istraživog terena. Teren na kome je izvršena izrada geološkog plana obuhvata prostor od 158 ha, a teren na kome je izvršena izrada geološkog plana u razmeri 1:1.000 obuhvata prostor od 14 ha. Na ispitivanom delu terena u lokalitetu Igroš na eksploatacionom polju „Igroš“ - Vidojevići vršena su geološka istraživanja 1995, 1999. i 2008. godine.

Rudno telo I na kome se vrši eksploatacija zauzima površinu od oko 4.000 m². Kartiranjem terena i eksploatacionim radovima na „rudnom telu I“ utvrđeno je da se sloj zeolitisanog tufa pruža pravcem sever-jug i može se pratiti oko 170 m po pružanju i po padu u proseku oko 50 m.

Sloj zeolitisanog tufa interstratifikovan je u miocensko-pliocenskoj seriji laporovitih zelenih glina, koje čine podinu i smeđih glina i zelenih peščara, koje čine povlatu. Sloj zeolitisanog tufa je svetlo sive do bele boje. Prelom ovih tufova je školjkast. Sitnozrni su, male specifične i zapreminske mase. Veoma su hidroskopni.

Istražnim terenskim radovima utvrđeno je da sloj zeolitisanog tufa ima prosečnu debljinu 1,64 m. Sloj ima generalno pružanje sever-jug i srednji statistički pad prema severu pod uglom od oko 4°. Zeolitisan tuf se karakteriše velikim brojem pukotina raznih pravaca pružanja i veličine duž kojih se zeolitisan tuf lako cepa u komade paralelopipednog oblika. Stena je masivne teksture.

Umereno je porozna, svetlosive boje, sa vidljivim zrnima staklastih bojenih minerala i kvarca. Stena nema ni miris ni ukus, a hlorovodonična kiselina ne izaziva nikakvu reakciju [16, 17].

Na osnovu rentgenskih ispitivanja utvrđeno je da je zeolitski tuf izgrađen od zeolitskom minerala iz grupe klinoptilolit-hojlandit. Pored zeolita stena sadrži minerale glina montmorionitskog tipa i feldspate. U tabeli 1. Prikazani su rezultati kompletne hemijske analize zeolitisanog tufa rudnog tela I.

Rudno telo II nalazi se na površini od oko 17.000 m². Kartiranjem terena na „rudnom telu II“ utvrđeno je da se sloj zeolitisanog tufa pruža pravcem severozapad-jugoistok i može se pratiti na dužini od oko 300 m i po padu oko 100 m.

Sloj zeolitisanog tufa interstratifikovan je u miocensko-pliocenskoj seriji laporovitih zelenih glina, smeđih laporovitih glina koje čine podinu i konglomerata, laporovitih smeđih glina i laporaca koji čine povlatu. Sloj zeolitisanog tufa je svetlosive do tamno sive boje. Istražnim radovima (istražnim bušenjem, istražnim usekom i snimanjem otvorenih profila) utvrđeno je da je sloj zeolitisanog tufa prosečne debljine 1,82 m. Generalno pružanje sloja je u pravcu sever-jug-jugoistok i srednjim statističkim padom prema severoistoku pod uglom od 10°. Sloj zeolitisanog tufa pruža se na dužini od 260 m.

Zeolitisan tuf je stena masivne teksture, svetlosive boje, sa vidljivim zelenkastim bojenim mineralima, veličine oko 0,5 mm. Stena je umereno porozna. Nepravilnog je preloma, a prelomna površina je grubo peškovita. Stena ne reaguje sa hlorovodoničnom kiselinom i nema nikakav karakterističan miris ni ukus [16, 17].

Pored ovog tufa utvrđen je sloj tufa sa zeolitom, prosečne debljine 0,44 m. Debljina povlatnih sedimentata iznosi od 1,50 do 23,50 m u proseku 13,93 m.

Treba istaći da su tokom 1999. godine obavljena geomehanička ispitivanja reprezentativnih čvrstih stena: peščara, tufa sa zeolitom i zeolitisanog tufa, a 2008. godine geomehanička ispitivanja povlatnih stena (peškovito-laporovite gline i laporovite gline) u cilju određivanja geomehaničkih parametara za analizu stabilnosti kosina [18-20]. Ova ispitivanja su doprinela sagledavanju geomehaničkih svostava radne sredine u kojoj se odvija eksploatacija.

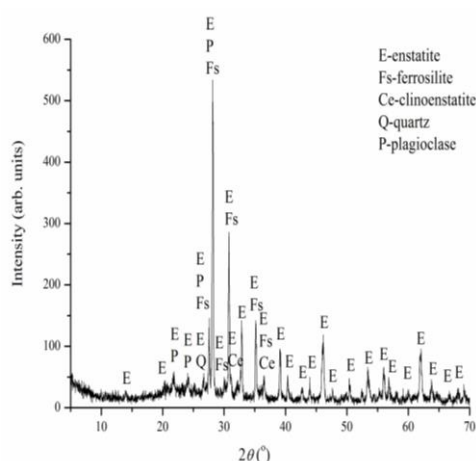
2.2. Materijal

Talk korišćen u ovom radu dobijen je kombinovanim postupcima pripreme mineralnih sirovina (usitnjavanje, luženje) rovnog talka. Posebna pažnja posvećena je prečišćavanju talka luženjem i snižavanju sadržaja Fe₂O₃ i CaO. Nakon postupaka pripreme rovnog talka dobijeni uzorci su podvrgnuti postupku mlevenja u vibracionom mlinu na srednju veličinu zrna 100% -25 μm. S obzirom da punioc na bazi talka ima nisku tvrdoću u cilju povećanja mehaničkih svojstava punioca i poboljšanja otpornosti na dejstvo kavitacije, istraživani su efekti ojačavanja česticama zeolita.

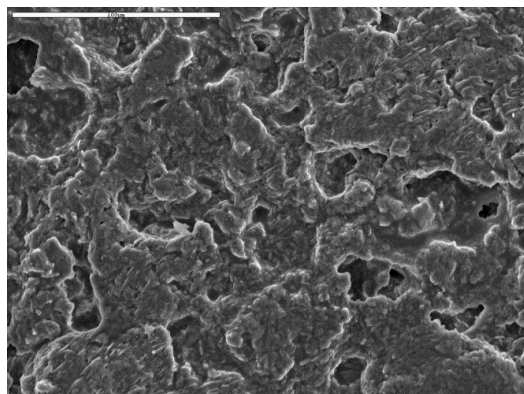
Mešavina je urađena sa sastavom: 85% talk, veličine zrna $100\% 25 \times 10^{-6}$ m i 15% zeolit (ležište IGROŠ, kod Brusa), veličine zrna $100\% -7 \times 10^{-6}$ m.

Od dobijene mešavine talka i zeolita izrađeni su uzorci koji su sinterovani na temperaturi 1200°C . Proces sinterovanja se odvijao po sledećem režimu: podizanje temperature do 1000°C brzinom zagrevanja $5^\circ\text{C}/\text{min}$ u vremenu od 200min; $1000-1200^\circ\text{C}$, brzina zagrevanja je $2^\circ\text{C}/\text{min}$ u vremenu od 100min; na 1200°C sinterovanje uzorka se odvijalo u vremenu od 1h; hlađenje uzorka sa peći.

a)



b)



Slika 1 - Uzorak na bazi talka + 15% zeolita IGROŠ sinterovanog na 1200°C : a. XRD; b. SEM mikrofotografija

Na slici 1 prikazane su XRD i SEM mikrofotografije za sinterovani uzorka talka + 15% zeolita. Konstatovano je prisustvo sledećih minerala, koji ulaze u sastav talka i zeolita: enstatit, ferosilit, klinoenstatit, kvarc i plagioklas. Na SEM mikrofotografiji vidi se fina struktura uzorka.

2.3. Određivanje otpornosti uzorka na dejstvo kavitacije

Za ispitivanje uzorka talka +15% zeolita sa ležišta „Igroš“ sinterovanih na 1200°C primenjena je ultrazvučna vibraciona metoda (sa stacionarnim uzorkom)

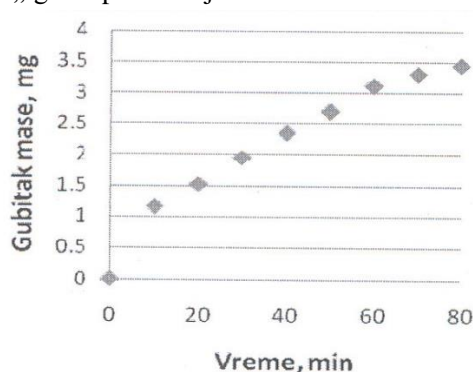
prema standardu ASTM G32 [21]. Izbor karakterističnih parametara za ovu metodu kao što su frekvencija vibracije talasovoda, temperatura tečnosti, udaljenost uzorka od čelone površine sonde, karakteristike tečnosti izabrani su u skladu sa standardom i ranijim radovima [19-23].

Da bi se odredila otpornost površine uzorka na dejstvo kavitacije ispitivana je površina uzorka pre i za vreme testiranja. Interval izlaganja uzorka dejstvu kavitacije i vreme testiranja bili su (min): 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80. Uzorci su snimani pre i za vreme testiranja. Pre i posle svakog intervala testiranja uzorci su sušeni na 110°C jedan sat. Da bi se dobila kriva oštećenja uzorci su mereni korišćenjem analitičke vage sa preciznošću od ± 0.1 mg.

3. REZULTATI I DISKUSIJA

3.1 Gubitak mase

Gubitak mase sinterovanog uzorka talka + 15% zeolita „Igroš“ prikazan je na slici 2.





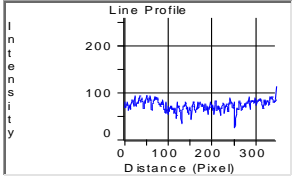

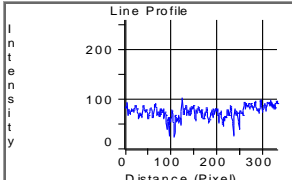
Slika 2 - Gubitak mase uzorka talka + 15% zeolita „Igroš“ sinterovanog na 1200°C

Sa slike 2 se vidi da oštećenje i gubitak mase sinterovanog uzorka talka + 15% zeolita IGROŠ raste sa porastom vremena ispitivanja dejstva kavitacije. Mali porast gubitka mase uzorka tokom ispitivanja na dejstvo kavitacije pokazuje da sinterovani uzorci talka + 15% zeolita IGROŠ imaju dobru otpornost na dejstvo kavitacije.

3.2 Analiza slike

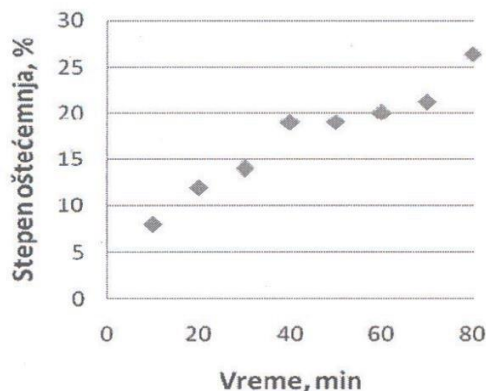
Uzorci tokom ispitivanja na dejstvo kavitacije su fotografisani pre i nakon testa, slika 5. Softverski program Image Pro Plus pruža široke mogućnosti za obradu slike i kvantifikaciju nivoa degradacije površine uzorka korišćenjem linije profila. Određivanjem linije profila pruža se mogućnost analize nivoa oštećenja izazvanih oštećenjem pod dejstvom kavitacije. Potrebno je u postupku izabrati boju kanala i primeniti ga na sliku. Uzorci slika sinterovanog talka + 15% zeolit analizirani su korišćenjem crvene, plave i zelene boje kanala. Korišćenjem plavog kanala postiže

se najbolja rezolucija između oštećenih i neoštećenih površina uzorka.

| T | talk + 15% zeolit IGROŠ | Profilna linija |
|----|---|---|
| 0 |  | |
| 40 |  |  |
| 80 |  |  |

Slika 3 - Uzorci talka + 15% zeolita IGROŠ pre i nakon testa kavitacije sa primenom crvene, plave i zelene boje kanala i odgovarajuće linije profila

Na slici 3 su prikazane fotografije sinterovanog uzorka talka +15% zeolita Igroš posle svakog vremenskog perioda ispitivanja i odgovarajuća linija profila.

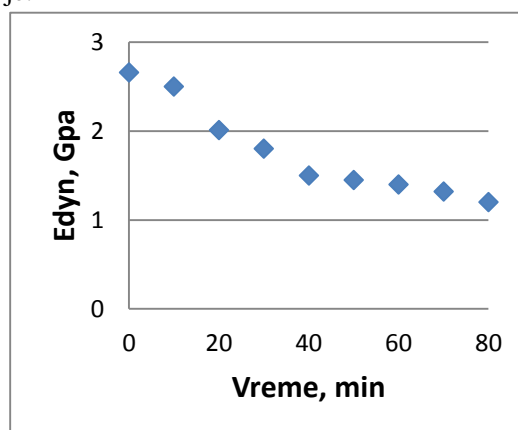


Slika 4 - Stepen oštećenja uzorka u toku ispitivanja

Površina uzorka je bez vidljivih oštećenja pre ispitivanja. Stepen oštećenja, kao i pojava jamica data je u okviru rezultata na slici 4.

Pojava jamica se uočava već posle 10 minuta, i sa vremenom se povećava broj jamica, odnosno oštećena površina. Do 40 minuta taj porast je skoro linearan, od 40-60 minuta se zapaža blagi porast, odnosno oštećenje sporije napreduje, da bi posle 60 minuta opet došlo do povećanja brzine pojave oštećenja. Ukupno oštećenje posle 80 minuta ispitivanja iznosi 26,4 % površine u odnosu na ukupnu površinu uzorka, što

ukazuje na dobru otpornost uzorka na dejstvo kavitacije.



Slika 5 - Promena Jungovog modula elastičnosti u toku ispitivanja

Stepen oštećenja uzorka je razmatrao površinska oštećenja, dok određivanje Jungovog modula elastičnosti ukazuje na promene u unutrašnjosti uzorka. S obzirom da se zapaža smanjenje Jungovog modula elastičnosti tokom ispitivanja, to ukazuje da oštećenje, pored površinskog (slika 4.) takođe napreduje i po dubini materijala, i da je oštećenje uzorka po dubini veće sa porastom vremena ispitivanja.

4. ZAKLJUČAK

Cilj rada je bio da se iskoristi zeolit sa ležišta „Igroš“ za sintezu keramičkom materijala. U okviru rada sintetizovan je uzorak talka sa dodatkom 15% zeolita sa ležišta „Igroš“. Uzorak je sinterovan na temperaturu od 1200°C.

Dobijeni rezultati su ukazali ne sledeće:

- uzorci talka +15% zeolita IGROŠ otporni na dejstvo kavitacije.
- otpornost na dejstvo kavitacije je određivana klasično preko promene mase, primenom analize slike i praćenjem Jungovog modula elastičnosti.
- metoda analize slike je korišćena radi određivanja stepena oštećenja površine usled dejstva kavitacije, metodom profilne linije, kao i određivanjem stepena oštećenja.
- Jungov modul elastičnosti je korišćen radi praćenja promena izazvanih dejstvom kavitacije po dubini materijala.
- Pod dejstvom kavitacije oštećenje površine uzorka nije mnogo izraženo i javlja se mali gubitak mase.

Svi dobijeni rezultati ukazuju na mogućnost primene uzoraka na bazi talka + 15% zeolit IGROŠ u uslovima gde se očekuje dejstvo kavitacije.

5. ZAHVALNICA

Ova istraživanja su realizovana u okviru projekata TR 33007, III 45012, TR 35002 i ON 172060 koje je finansiralo Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja.

LITERATURA

- [1] A. Karimi, J. L. Martin, Cavitation erosion of materials, *International Metals Reviews*, Volume 31, Issue 1, 1-26, 1986.
- [2] C. T. Kwok, F. T. Cheng, H. C. Man, Synergistic effect of cavitation erosion and corrosion of various engineering alloys in 3.5% NaCl solution, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 290, Issues 1–2, Pages 145-154, 15 October 2000.
- [3] Marek Szkodo, Estimation of cavitation erosion resistance of materials, *Advances in Materials Science*, vol.6, No.1, (9), 2006.
- [4] J. R. Laguna-Camacho, R. Lewis, M. Vite-Torres, J. V. Mendez-Mendez, A study of cavitation erosion on engineering materials, *Wear*, vol.301, Issues 1-2, pp. 467-476, 2013.
- [5] Ning Qiu, Leqin Wang, Suhuan Wub, Dmitriy S. Likhachev, Research on cavitation erosion and wear resistance performance of coatings, *Engineering Failure Analysis*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2015.06.003>
- [6] Krella A, Czyzniewski A. Cavitation erosion resistance of Cr–N coating deposited on stainless steel. *Wear*, 260:1324–32, 2006.
- [7] J. P. Franc, J. M. Michel (Eds), Fundamentals of cavitation, *Series Fluid Mechanics and Its Applications*, vol.76, 2004, XXII, 306 p., Kluwer Academic Publishers, New York, Boston, Dordrecht, London, Moscow.
- [8] G. Garcia-Atance Fatjao, M. Hadfield, C. Vieillard, J. Sekulic, Early stage cavitation erosion within ceramics- An experimental investigation, *Ceramic International*, vol. 35, Issue 8, 3301-3312, 2009.
- [9] B. Vakanjac, „Zeoliti – nova nemetalna mineralna sirovina“, Univerzitet u Beogradu, *Zbornik radova Rudarsko-geološkog fakulteta*, 91 – 102, 1975.
- [10] B. Vakanjac, „Geologija ležišta nemetalnih mineralnih sirovina“, Univerzitet u Beogradu, Rudarsko-geološki fakultet, Katedra ekonomske geologije, Posebno izdanje br. 4, Beograd, 1992.
- [11] D. Stojanović, „Vulkanski tufovi i sedimentne stene u Srbiji sa sadržajem zeolita“, *Zapisnici Srpskog Geološkog društva za 1968, 1969. i 1970. godinu*, Beograd, str.: 9 – 20, 1972.
- [12] Mojić S, Mihajlov A. S. „Izveštaj po projektu Izrada formacione analize, mineragenetske i prognozne karte neogenih basena, koji su potencijalni nosioci ležišta zeolita u Srbiji za 1991. godinu“, Fond stručne dokumentacije D.P. Geozavod - Nemetali – Beograd, 1991.
- [13] Mojić S, Kokot J, „Geološke karakteristike ležišta zeolitisanog tufa Igroš kod Brusa, rudno polje Igroš – Vidojević, mogućnost upotrebe zeolita, VIII međunarodna konferencija NEMETALI 2009, Banja Vriji, str, 215 – 223, ISBN: 978-86-83497-12-6, 2009
- [14] Geološki institut Srbije, „Elaborat o rezervama zeolitisanog tufa i tufa sa zeolitom u ležištu „Igroš“ kod Brusa na rudnom polju „Igroš – Vidojević“, Beograd, 2010.
- [15] Majstorović Necković J, „Izveštaj o rezultatima ispitivanja fizičko-mehaničkih svojstava reprezenata ležišta „Igroš – Vidojević“ kod Brusa sa analizom stabilnosti kosina“, Rudarsko-geološki fakultet, Beograd, 2000.
- [16] Majstorović Necković J, „Izveštaj o rezultatima ispitivanja fizičko-mehaničkih svojstava reprezenata ležišta „Igroš – Vidojević“ kod Brusa sa analizom stabilnosti kosina, Rudarsko-geološki fakultet, Beograd, 2009.
- [17] Majstorović J, Mojić S, Volkov Husović T, „Rezultati geomehaničkih ispitivanja zeolitisanog tufa i pratećih stena ležišta Igroš kod Brusa, IX međunarodna konferencija o površinskoj eksploataciji OMC 2010, Vrnjačka Banja, 20-23. oktobar, str.:123 – 129, ISBN: 978-86-83497-15-7, 2010.
- [18] ASTM Standard G32-98 Standard, Test Method for Cavitation Erosion Using, Vibratory Apparatus, *Annual Book of ASTM Standards*, pp. 107–120, 2000.
- [19] M. Pavlovic, M. Dojcinovic, S. Martinovic, M. Vlahovic, Z. Stevic, T. Volkov-Husovic, Non destructive monitoring of cavitation erosion of cordierite based coatings, *Composites Part B* 97, 84-91, 2016.
- [20] S. Martinovic, M. Vlahovic, M. Boljanac, M. Dojcinovic, T. Volkov-Husovic, Cavitation resistance of refractory concrete: Influence of sintering temperature, *Journal of the European Ceramic Society*, 33 (1), pp. 7-14, 2013.
- [21] M. Dojcinovic, T. Volkov-Husovic, Cavitation damage of the medium carbon steel: Implementation of image analysis, *Mater. Lett.* 62, 953 -956, 2008.
- [22] S. Martinovic M. Vlahovic, M. Boljanac, M. Dojcinovic, T. Volkov-Husovic: Cavitation resistance of

refractory concrete: Influence of sintering temperature, *Journal of the European Ceramic Society*, 33 (1), pp. 7-14, 2013.

[23]M. Dojcinovic, T. Volkov-Husovic, Cavitation damage of the medium carbon steel: Implementation of image analysis, *Mater. Lett.* 62, 953 -956, 2008.

SUMMARY

CAVITATION OF REFRACTORY SAMPLES BASED ON TALC AND DOMESTIC ZEOLITE

Using domestic zeolite from Igroš as raw material for ceramic samples for application in condition of cavitation erosion. Samples based on talc with 15 % of zeolite, from Igroš, sintered at 1200°C were used in this investigation. The ultrasonic vibratory cavitation set up with stationary specimen was used. Mass loss was measured and degradation level of the samples using image analysis and Young modulus of elasticity. Obtained results showed good resistance of the sample to the cavitation erosion, which give the possibility for possible future application of ceramic samples based on talc and zeolite in different conditions where cavitation erosion is expected.

Key words: talc, zeolite, cavitation erosion, image analysis