Ljubiša Andrić<sup>1</sup>\*, Dragan Radulović<sup>1</sup>, Marko Pavlović<sup>2</sup>, Milan Petrov<sup>1</sup>, Jovica Stojanović<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Beograd, Srbija, <sup>2</sup>Kontrol Inspekt - Beograd, Beograd, Srbija Naučni rad ISSN 0351-9465, E-ISSN 2466-2585 UDC:678.049.91+661.183.124:620.199 doi: 10.5937/zasmat2003210A



## Mogućnost primene pirofilita kao punioca u vatrostalnim premazima

### IZVOD

U radu su istraživani postupci pripreme punioca na bazi pirofilita za dobijanje vatrostalnih premaza sa kontrolisanim reološkim svojstvima. Polazni uzorci pirofilita dobijeni su iz ležišta Parsović-BiH. Istraživan je uticaj procesa mikronizirajućeg mlevenja na promenu svojstava vatrostalnog punioca, promenu veličine i oblika zrna punioca, disperznost i stabilnost suspenzije premaza. Za karakterizaciju dobijenih punioca korišćene su metode XRD, SEM i optička mikroskopija. U drugoj fazi istraživanja punioci su podvrgnuti procesu mikronizirajućeg mlevenja u mlinu sa keramičkim kuglama. Gornja granica krupnoće ulaznog materijala bila je 100% -2,00 mm. Vremena mikronizirajućeg mlevenja (min): 15; 20;25. Cilj je bio optimizacija svojstava punioca na bazi pirofilita, definisanje sastava premaza i postupaka njihove izrade. Kvalitet dobijenih premaza kontrolisan je u skladu sa standardom za ovu vrstu vatrostalnih proizvoda.

*Ključne reči:* pirofilit, priprema punioca, mikronizirajuće mlevenje, vatrostalni premaz, sedimentaciona stabilnost suspenzije.

#### 1. UVOD

Premazi za kalupe i jezgra predstavljaju integralni deo proizvodnje odlivaka. Obezbeđuju kvalitetnu površinu odlivaka, smanjuju i/ili eliminišu skupe livačke operacije čišćenja i mašinske obrade odlivaka [1]. Za dobijanje kvalitetnih premaza neophodna su obimna istraživanja, kako sastava premaza, tako i postupaka njihove izrade, ispitivanja i kontrole kvaliteta, njihove standardizacije, čemu će se u radu posvetiti posebna pažnja [2,3].

Istraživanja različitih fizičko-hemijskih karakteristika livačkih premaza su ukazala da bez obzira na vrstu premaza, postoje opšti uslovi koje premazi moraju da zadovolje:

- da imaju odgovarajuću vatrostalnost,
- ne smeju da sadrže materijale koji omekšavaju ili se tope pri dodiru sa tečnim metalom,
- ne smeju da obrazuju jedinjenja sa niskom temperaturom topljenja u reakciji sa metalom, njegovim primesama ili oksidima,
- da se ravnomerno rasprostiru po površini peščanih kalupa i jezgara, polimernih modela, da prianjaju i čvrsto se vezuju za površinu,

- da ne pucaju, ne ljušte se sa površine kalupa za vreme sušenja, livenja i da su otporni na nagle promene temperature,
- posle sušenja moraju obrazovati na površini kalupa, jezgara ili modela tanak sloj,
- ne smeju se raslojavati tokom upotrebe [4-7].

Imajući u vidu složenost fizičko-hemijskih promena i procesa koji se odvijaju na kontaktnoj površini metal-kalup pri izboru materijala za izradu punioca vatrostalnih premaza odlučujuću ulogu imaju svojstva:

- relativno visoka temperatura topljenja,
- mali koeficijent toplotnog širenja,
- nekvašljivost tečnim metalom,
- da ne razvijaju gasove u kontaktu sa tečnim metalom [8-11].

Da bi nemetalična mineralna sirovina mogla da se koristiti kao punioc u sintezi savremenih materijala, livačkim premazima, naprimer, potrebno je da veličine zrna punioca budu ispod 30  $\mu$ m, kako bi se postigla odgovarajuća reologija premaza i adhezivna svojstva [12-20]. U radu je ispitivana mogućnost primene pirofilita [21,22] kao punioca vatrostalnih premaza. Pokazano je da prisustvo čestica punioca veličine d<sub>sr</sub>=14,5-16,5  $\mu$ m, utiče na stvaranje tanjih i ujednačenih slojeva premaza. Takođe, pokazano je da primena ove vrste punioca pokazuje pozitivne rezultate pri izradi Lost foam

<sup>\*</sup>Autor za korespondenciju: Ljubiša Andrić E-mail: lj.andric@itnms.ac.rs Rad primljen: 20. 05.2020. Rad prihvaćen:22. 06. 2020. Rad je dostupan na sajtu: www.idk.org.rs/casopis

vatrostalnih premaza za nove tehnologije livenja. Utvrđeno je da pri primeni mikroniziranog punioca različitog granulometrijskog sastava dolazi do boljeg slaganja - pakovanja čestica punioca međusobom i stvaranja tankih, visoko propustljivih slojeva premaza na modelu. Tokom istraživanja došlo se na ideju da se ispita mogućnost primene mikronizirajućeg mlevenja punioca na bazi pirofilita u cilju poboljšanja reoloških svojstava Lost foam vatrostalnih premaza. Određen je optimalni sastav premaza i postupak izrade. Za postizanje visoke sedimentacione stabilnosti suspenzije premaza izabrane su različite vrste i količine aditiva, kako bi se omoqućila adsorpcija aditiva na čestice mikroniziranog punioca na bazi pirofilita i omogućilo održavanje punioca u dispergovanom stanju u suspenziji tokom upotrebe premaza. Posebna pažnja posvećena je izboru vrste i količine vezivnog sredstva u cilju boljeg povezivanja čestica aktiviranog punioca, kao i postizanje adheziju filma premaza na površinu kalupa, jezgara i polimernog modela, bez pucanja i otiranja osušenih slojeva premaza.

#### 2. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

#### 2.1. Materijal

Za istraživanja je korišćen pirofilit iz ležišta Parsovići, Konjic, BiH, slika1.



Slika 1. Ležište pirofilita Parsovići, Konjic Figure 1. Pyrophyllite deposit Parsovići, Konjic

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 sirovinske baze, uticali su na izbor ove nemetalične mineralne sirovine za istraživanja mogućnosti primene za dobijanje širokog spektra proizvoda za različite industrijske grane [23-27]. Za istraživanje mogućnosti primene pirofilita kao punioca u sastavu vatrostalnih premaza polazni uzorak iz ležišta je homogeniziran i iz njega su metodom šah polja izdvojeni uzorci za ispitivanja. Sva eksperimentalna istraživanja suve mikronizacije pirofilita vršena su na rovnim uzorcima, primenom savremenih metoda za određivanje svih neophodnih fizičko-hemijskih i mineraloških karakteristika mikroniziranih proizvoda pirofilita, kao i za praćenje relevantnih procesnih parametara sinteze Lost foam vatrostalnih premaza.

#### 3. METODE ISPITIVANJA

Za karakterizaciju uzoraka pirofilita korišćene su metode određivanja: higroskopne vlage, granulometrijskog sastava, hemijskog sastava rude, XRD-analize. Pored toga urađena je i kvalitativna mineraloška analiza na polarizacionom mikroskopu u propuštenoj svetlosti uzorka rude po klasama krupnoće i petro preparata, semi kvantitativana hemijska analiza polaznog uzorka rude.

Na rovnim uzorcima rude pirofilita određivana je gruba i higroskopna vlaga, standardnim metodama određivanja.

Gruba vlaga određivana je na tri uzorka pirofilita usitnjena na krupnoću 100%-5,00mm. Sva tri uzorka su sušena na sobnoj temperaturi u vremenu trajnja od 24h. Dobijena vrednost predstavlja aritmetičku sredinu dobijenih vrednosti za sva tri uzorka.

 $m_{1vlažan} = 1000,9 \text{ g}; m_{2vlažan} = 1000,2 \text{ g};$ 

m<sub>3vlažan</sub>= 999,7 g

#### m<sub>1suv</sub>=994,70 g; m<sub>2suv</sub>=994,30 g; m<sub>3suv</sub>=993,80 g

Higroskopna vlaga je određivana na mikroniziranim uzorcima rude pirofilita, koji su sušeni na temperaturi od 105°C, u vremenu trajanja od t=3 h. Higroskopna vlaga određivana je na tri uzorka rude pirofilita. Dobijeni rezultati za higroskopnu vlagu predstavljaju srednju vrednost dobijenu merenjem na sva tri uzorka rude pirofilita.

Zbog strukturno-teksturnih svojstava polazni uzorak rude pirofilita dodatno je usitnjen za dalja tehnološka ispitivanja na krupnoću 100% -2 mm. Ovako pripremljen uzorak rude pirofilita predstavlja polazni uzorak za opite mikronizirajućeg mlevenja.

Rendgenska difrakciona analiza korišćena je za određivanje i praćenje faznog sastava uzorka. Uzorak je analiziran na rendgenskom difraktometru marke "PHILIPS", model PW-1710, sa zakrivljenim grafitnim monohromatorom i scintilacionim brojačem. Inteziteti difraktovanog CuK rendgenskog zračenja (=1.54178Å) mereni su na sobnoj temperaturi u intervalima 0,02 2 i vremenu od 0,5 a u opsegu od 4 do 65 2. Rendgenska cev je bila opterećena sa naponom od 40 kV i struji 30 mA, dok su prorezi za usmeravanje primarnog i difraktovanog snopa bili 1 i 0,1 mm.33

Morfološka i kvantitativna hemijska analiza punioca na bazi pirofilita urađena je na skenirajućem elektronskom mikroskopu (uređaj "JEOL"JSM 6610LV).

Preliminarna eksperimentalna istraživanja mikronizirajućeg mlevenja pirofilita, vršena su u laboratorijskom mlinu sa keramičkim kuglama, pri različitim vremenima mikronizacije i to (min): 15; 20; 25.

Da bi se sagledao granulometrijski sastav mikroniziranih proizvoda pirofilita kod sva tri opita mikronizirajućeg mlevenja (u vremenu trajanja od  $t_1=15$  minuta;  $t_2=20$  minuta; i  $t_3=25$  minuta), urađena je granulometrijska analiza na uređaju Malvern Mastersizer - v3.50. Na ovaj način određen je granulometrijski sastav i svi polazni parametri za definisanje parametara mikronizirajućeg mlevenja ( $d_{25}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{95}$  i  $d_{98}$ ), kao osnovni pokazatelji proizvoda punioca za izradu vatrostalnih premaza na bazi pirofilita.

Na bazi mikroniziranog pirofilita (punioca) dizajnirane su tri serije Lost foam vatrostalnih premaza:

 serija A (pirofilit, vreme aktivacije-mikronizacije 15 min.);

Tabela 1. Hemijski sastav rude pirofilita

- serija B (pirofilit, vreme aktivacije-mikronizacije 20 min.);
- **serija C** (pirofilit, vreme aktivacije-mikronizacije 25 min.)

Suspenzije vatrostalnih premaza ispitivane su na polarizacionom mikroskopu (Jena arl Zeiss) primenom programskog softverskog paketa OZARIA 2.5 za utvrđivanje raspodele punioca u suspenziji premaza. Ispitivanja svojstava dobijenih Lost foam vatrostalnih premaza izvršeno je, u skladu sa standardima 12, 13, nanošenjem premaza na površine ispitnih tela izrađenih od polistirena, gustine 19 kg/m<sup>3</sup> i peščanih uzoraka oblika kalote. Ispitivanje sedimentacione stabilnosti vatrostalnih premaza vršeno je odstojavanjem pripremljenih uzoraka premaza 10 h u cilindričnom sudu zapremine 1 x  $10^{-4}$  m<sup>3</sup> i visine 2.8 x  $10^{-1}$  m. Rezultati ispitivanja izražavani su u procentima tako što je broj očitanih mililitara providnog sloja jednak taloženju u procentima.

#### 4. REZULTATI I DISKUSIJA

Hemijska svojstva, polaznog uzorka pirofilita ispitana su standardnim analitičkim metodoma, a postignuti rezultati prikazani su u tabeli 1.

Table 1. Chemical composition of pyrophyllite ore														
Komp.	SiO <sub>2</sub>	$AI_2O_3$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	FeO	SO <sub>3</sub>	$P_2O_5$	kr.H₂O	BaO	G.Ž.
Sadr.,%	62,56	14,92	1,22	7,32	1,45	0,47	0,60	<0,167	0,32	0,10	0,16	2,48	<0,01	9,63

Tabelarni i grafički prikaz granulometrijskog sastava polaznog uzorka pirofilita 100 % -2+0,00 mm određen je prosejavanjem na Tyler-ovoj seriji, a postignuti rezultati su u tabeli 2 i na slici 2.



Slika 2. Granulometrijski-sastav polaznog uzorka rude pirofilita krupnoće  $100\% - 2,00+0,00 \text{ mm}, d_{sr}=0,328 \text{ mm}$ Figure 2. Granulometric composition of the initial sample of pyrophyllite ore with a size of  $100\% - 2.00 + 0.00 \text{ mm}, d_{sr} = 0.328 \text{ mm}$ 

Klasa krupnoće, mm	M, %	↓∑ M, %	∱∑ M, %
- 2,38 + 1,60	0,54	0,54	100,00
- 1,60 + 1,00	8,67	9,21	99,46
- 1,00 + 0,63	11,98	21,19	90,89
- 0,63 + 0,40	19,73	40,92	78,81
- 0,40 + 0,30	13,06	53,98	59,08
- 0,30 + 0,20	11,97	65,95	46,02
- 0,20 + 0,10	8,60	74,55	34,05
- 0,10 + 0,074	4,07	78,62	25,45
- 0,074 + 0,00	21,38	100,00	21,38
Ulaz	100,00		

Tabela 2. Granulometrijski sastav uzorka rude pirofilita klasa -2,00 mm

Table 2. Granulometric composition of pyrophyllite ore sample class -2.00m	т
--	---

Na slici 3 prikazani su registrovani difrakcioni x-zraci sa kristalne rešetke polaznog uzorka. U sastavu uzorka dominantno je prisustvo pirofilita, zatim kvarca, kalcita i dolomita.





Rezultati granulometrijske analize određeni na uređaju Malvern Mastersizer - v3.50, za sva tri vremena mikronizirajućeg mlevenja, prikazani su u obliku tabela i dijagrama na slikama 4, 5 i 6.



Slika 4. Tabelarni i grafički prikaz raspodele čestica pirofilita mikroniziranog 15 min. Figure 4. Tabular and graphical representation of the distribution of pyrophyllite micronized particles in a time 15 min.



Slika 5. Tabelarni i grafički prikaz raspodele čestica pirofilita mikroniziranog 20 min. Figure 5. Tabular and graphical representation of the distribution of pyrophyllite micronized particles in a time 20 min.



Slika 6. Tabelarni i grafički prikaz raspodele čestica pirofilita mikroniziranog 25 min. Figure 6. Tabular and graphical representation of the distribution of pyrophyllite micronized particles in a time 25 min.

Na osnovu ukupno izvedenih eksperimentalnih istraživanja i postignutih rezultata granulometrijskih analiza uzoraka za sva tri vremena mikronizirajućeg mlevenja koja su obavljena na uređaju Malvern Mastersizer - v3.50, mogu se izvući zaključci o finoći rude pripremljene kao punioca za izradu vatrostalnih premaza:

- Pri sva tri vremena mikronizirajućeg mlevenja postoje mineralne čestice pirofilita finije od 1  $\mu$ m, i to najfinije čestice kod uzorka mikroniziranog t<sub>1</sub>=15 min. su ispod 500 nm, dok su pri vremenu mikronizacije od t<sub>2</sub>= 20 min. i t<sub>3</sub>= 25 min. u uzorku prisutne mineralne čestice ispod 400 nm.
- Sadržaj klase ispod 2µm: kod uzorka mikroniziranog pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je 4,07 %;
- Pri vremenu od t<sub>2</sub>= 20 min. sadržaj je 4,59 %; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., sadržaj je preko 4,82 %.
- Sadržaj klase ispod 5 μm: kod uzorka mikroniziranog pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je oko 16 %; pri vremenu od t<sub>2</sub>= 20 min. je oko 17,5 %; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., je preko 18 %.
- Sadržaj klase ispod 10 μm: kod uzorka mikroniziranog pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je 33,65 %; pri vremenu od t<sub>2</sub>= 20 min. je 36,23 %; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., je preko 37,37 %.

- Sadržaj klase ispod 36 μm: kod uzorka mikroniziranog pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je 74,23 %; pri vremenu od t<sub>2</sub>= 20 min. je 77,43 %; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., je preko 78,94 %.
- Postignuti rezultati srednjih prečnika d<sub>50</sub> mikroniziranih uzoraka rude: pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je 16,5  $\mu$ m; pri vremenu od t<sub>2</sub>= 20 min. d<sub>50</sub> je 15  $\mu$ m; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., d<sub>50</sub> je 14,5  $\mu$ m.
- Dobijeni prečnici  $d_{90}$  mikroniziranih uzoraka rude: pri vremenu od  $t_1$ =15 min. je 92,1µm; pri vremenu od  $t_2$ = 20 min.  $d_{90}$  je 73,7 µm; a pri vremenu od  $t_3$ = 25min.,  $d_{90}$  je 64,8 µm.
- Dobijene vrednosti ggk  $d_{95}$  mikroniziranih uzoraka rude: pri vremenu od  $t_1=15$  min. je 151,8 µm; pri vremenu od  $t_2=20$  min.  $d_{95}$  je 112,3 µm; a pri vremenu od  $t_3=25$  min.,  $d_{95}$  je 97,5 µm.
- Dobijeni prečnici d<sub>98</sub> mikroniziranih uzoraka rude: pri vremenu od t<sub>1</sub>=15 min. je 234μm; pri vremenu od t<sub>2</sub> = 20 min. d<sub>98</sub> je 170 μm; a pri vremenu od t<sub>3</sub>= 25 min., d<sub>98</sub> je 141 μm, [25, 27].

Na bazi mikroniziranog pirofilita (punioca) dizajnirane su tri serije Lost foam vatrostalnih premaza: *serija A; serija B; serija C.* Istraženi sastavi vatrostalnih premaza prikazani su u tabeli 3.

Premaz	Tip A (Pirofilit-	Tip B (Pirofilit-	TipC (Pirofilit-		
	15 min.)	20 min.)	25 mn.)		
Vatrostalni	Punioc na bazi pirofilita	Punioc na bazi pirofilita	Punioc na bazi pirofilita		
punioc	sadržaj 80-85%	sadržaj 72-77 %	sadržaj 72-75 %		
Vezivno	Bentonit 4 - 4.5 %;	Bentonit 4.5- 5 %;	(C <sub>20</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> ) 3.5-4.5 %		
sredstvo	Bindal H 4 - 4.5 %	Bindal H 4.5-5 %	Dextrin 0.5-1 %		
Aditivi	Sredstvo za održavanje:	Sredstvo za održavanje:	Bentone 25-1.5-		
	Carboxymethyl cellulose	Carboxymethyl cellulose	2.5 %;		
	(CMC),	(CMC),	Fenolformaldehidna smola 0.2-		
	1-1.5 %	1.5-2 %	0.5 %		
Rastvor	Voda, H <sub>2</sub> O	Voda, H <sub>2</sub> O	Alkohol (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O)		
Gustina, [kg/m <sup>3</sup> ]	2000	2000	2000		

Table 3. Compositions of Lost Foam refractory coatings on water and alcohol basis

Kao rastvarač korišćena je voda i alkohol. U radu, dizajniranje vatrostalnih premaza na bazi pirofilita, izbor postupaka njihove izrade izvršeni su u odnosu na rezultate ranijih istraživanja [1,3,19, 20] i na osnovu analize uticaja procesa mikronizirajućeg mlevenja na kvalitet punioca, pre svega uticaj na veličinu i oblika zrna punioca [14,18]. Dobijeni vatrostalni premazi ispitivani su: na temperaturi 22° C; pri gustini suspenzije 1800-2000 kg/m<sup>3</sup>; debljinama suvih slojeva premaza (x 10<sup>-3</sup> m): 0.2; 0.5; 0.9. Vatrostalni premazi na peščane kalupe i jezgra nanošeni su četkom, a na polimerne modele potapanjem u tank sa suspenzijom premaza i prelivanjem. Tokom primene, u cilju homogenizacije suspenzije premaza vršeno je lagano mešanje brzinom 1 °/min. Lost foam vatrostalni premazi na vodenoj osnovi sušeni su na vazduhu u vremenu do 24 časa, a alkoholni premazi su paljeni. Na slikama 7 i 8 prikazane su faze priprema suspenzije vatrostalnog premaza na bazi pirofilita i nanošenja premaza na modele.



Slika 7. Priprema suspenzije vatrostalnog premaza na bazi pirofilita

Figure 7 Preparation of a refractory coating suspension based on pyrophyllite



a. Potapanje u premaz Immersion in the coating



 b. Skidanje viška premaza c. Por Removing excess coating Ali







d. Sušenje slojeva premaza Drying the coating layers

Slika 8. Proba nanošenja suspenzije premaza na polimerni model Figure 8. Test of applying a coating suspension on a polymer model



Slika 9. XRD vatrostalnih punioca pirofilita

Figure 9. XRD of refractory pyrophyllite filler

Rendgenogrami vatrostalnih punioca prikazani su na slici 9, sa kojeg se jasno vidi mineralni sastav (kvarc, pirofilit, kalcit, dolomit, kaolinit). Na slici 10 prikazan je SEM mikrofotografije strukture uzorka punioca pirofilita, na kojoj se jasno vide zrna nepravilnih formi i različitih dimenzija, ljuspastih agregata.



Slika 10. SEM mikrofotografija uzorka punioca pirofilita

# Figure 10. SEM micrographs of the sample of filler pyrophyllite

Mikrofotografije suspenzija premaza A, B, C, prikazane su na slici 11. Na osnovu podatka o srednjoj veličini zrna punioca A, B i C, može se očekivati da će se punioci sa sitnijim zrnima sporije taložiti u suspenziji, duže ostati u disperznom stanju. To je posebno izraženo kod premaza tipa B i C.



Slika 11. Mikrofotografije suspenzija premaza tipa A, B. C.

Figure 11. Photomicrographs of the coating suspension of type A, B. C.

Ispitivanja sedimntacione stabilnosti Lost foam vatrostalnih premaza svih serija pokazala su različite rezultate za količine istaloženih materija u prvih 300 min. Kod premaza tipa A, srednje veličine zrna punioca 16,5 µm količina istaloženih materija bila je 5.2-5.8 %. Kod premaza tipa B i C ispitivanja su pokazala manji sadržaj istaloženih materija, oko 4.3-4.5 % što ukazuje na znatno poboljšanje sedimentacione stabilnosti pri korišćenju finijih zrna punioca, srednje veličine zrna 14-15 µm. Korišćenjem čestica punioca različitih veličina i oblika (serija B i C) postignuto je bolje međusobno pakovanje čestica u slojevima premaza. To je doprinelo stvaranju visokopropustljivog, tankog (ispod  $0.5 \times 10^3$  m), homogenog, kontinuiranog filma premaza na površinama modela. Saglasno standardima 12, 13, postignuti rezultati sedimentacione stabilnosti suspenzija premaza tipa A, B, C, su zadovoljavajući.

#### 5. ZAKLJUČAK

Nemetalična mineralna sirovina, kao što je pirofilit (Al<sub>2</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>), zauzima značajno mesto u privrednom razvoju, bilo kao finalni proizvodi ili kao

sirovina kod proizvodnje različitih vatrostalnih proizvoda. Postojanje potencijalne sirovinske baze, odnosno postojanje pirofilita sa značajnim količinama, pruža široke mogućnosti razvoja proizvodnje sa bogatim asortimanom proizvoda. Kao rezultat ovih istraživanja određeni su optimalni sastavi Lost foam vatrostalnih premaza sa mikroniziranim (mehanički aktiviranim) puniocem na bazi pirofilita (srednje veličine čestica između 14 i 16 µm). Definisani su postupci pripreme suspenzija premaza kojima su postignuta unapred zadata svojstva premaza u pogledu vatrostalnosti, željene propustljivosti za gasove, lakog nanošenja i prianjanja na površine modela, lakog podešavanja debljina slojeva premaza na površini peščanih kalupa i jezgara, bez pojave mehurića, pucanja i otiranja osušenih slojeva premaza. Suspenzije premaza, gustine 2000 kg/m<sup>3</sup>, pokazale su visoku sedimentacionu stabilnost (ispod 4,5% istaloženih materija u prvih 300 min). Primena premaza na bazi punioca pirofilita na vodenoj osnovi, tanjih slojeva (0,5x10<sup>-3</sup> m) i polistirenskih modela manje gustine (19 kg/m<sup>3</sup>) pozitivno su uticali na kvalitet površine, strukturna i mehanička svojstva odlivaka legura aluminijuma dobijenih po novoj metodi livenja sa polimernim modelima.

#### Zahvalnost

Rezultati ovih istraživanja finansirani su od strane Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

Želimo da izrazimo našu zahvalnost firmi AD HARBI d.o.o. Tvornička 3, 71210 Sarajevo-BiH, koja nam je obezbedila uzorke pirofilita za eksperimentalna istraživanja.

#### 6. LITERATURA

- Z.Aćimović-Pavlović, A.Prstić, Lj.Andrić, V. Milošević, S.Milićević (2012) Ceramic Coating for Cast House Application, Chapter 9, , Ceramic Coatings - Applications in Engineering, Feng Shi (Ed.), InTech., p.261-286.
- [2] R.E.Moore (2001) Refractories, Structure and Properties, Encyclopedia of Materials: Science and Technology, University of Missouri-Rolla, Rolla, Missouri, USA, p. 8079-8099.
- [3] Z. Aćimović-Pavlović, A.Prstić, Lj. Andrić (2007) The characterization of talc-based coating for application for Al-Si alloy casting, CI&CEQ, 13(1), 38-40.
- [4] Z.Aćimović-Pavlović (2009) Zaštitni premazi u livarstvu, monografija, Savez inženjera metalurgije Srbije, , p. 136.
- [5] Y.Akbarzadeha, M.Rezaaeia, A.Akbar Babaluoa, A.Charchia, H. R.Azimia, Y. Bahlulib (2008) Microstrukture, permeability and rheological behavior of lost foam refractory coatings, Surface&Coating Technology, 202, 4636-4643.

- [6] R.Ballman (1988) Assembly and coating of polystyrene foam patterns for the Evaporate Pattern Casting Process, 92nd Casting Congress, Hartford, Connecticut, USA, Proceedings, p. 250-260.
- [7] A.Ch.Psimenos, G.Eder (2010) PCT- Pure Coating Technology, A new Coatings Technology from Furtenbach, Foundry, 49(3-4), 22-28.
- [8] W.D.Griffiths, P.J.Davies (2008) The permeability of Lost Foam pattern coatings for Al alloy casting, Journal of Materials Science, 43(16), 5441-5447.
- [9] N.Don Cho (1989) Effect of coating materials on fluidity and temperature loss of molten metal in full mould, 56<sup>th</sup> World Foundry Congress, Dusseldorf, German, GIFA, 7(1), 7-10.
- [10] M.Karimian, A.Ourdjini, M.H.Idris, T.Chuan, H.Jafari (2011) Process Control of Lost Foam Casting using Slurry Viscosity and Dipping Time, J. Appl. Sci., 11, 3655-3658.
- [11] M.Sands, S.Shivukumar (2003) Influence of coating thickness and sand fineness on mold filling in the lost foam casting process, Journal of Materials Science, 38, 667-673.
- [12] SRPS EN 12890:2000 / CEN/TC 190 Premazi za peščane kalupe i jezgra.
- [13] SRPS B.H9.102:1980 Premazi–materijali za peščane kalupe i jezgra, klasifikacija, tehnički uslovi primene, metode ispitivanja.
- [14] Lj.Andrić, Anj.Terzić, Z.Aćimović-Pavlović, Lj. Pavlović, M.Petrov (2013) Comparative analiysis of process paramiters of talc mechanical activation in centrifugal and attrition mill, Phisicochemical Probl.Miner.Process., 50(2), 433-452.
- [15] J.Yvon, F.Villieras, L.Michot (2005) Effect of Different Dry Grinding Procedures on the Immersion Heat of Talc and Chlorite, J. Mining and Metallurgy A, 41, 1–9.
- [16] M.I.Mahadi, S.Palaniandy (2010) Mechanochemical effect of dolomitic talc during fine grinding process in mortar grinder, Int. J. Miner. Process., 94, 172-179.
- [17] M.Yekeler, U.Ulusoy, C.Hicyılmaz (2004) Effect of particle shape and roughness of talc mineral ground by different mills on the wettability and floatability, Powder Tech., 140, 68–78.
- [18] Lj.Andrić, Z.Aćimović-Pavlović, N.Pavlović, V. Milošević, S.Milićević (2012) Mechanical activation of talc in high-energy-speed rotary mechanoactivator, Ceramics International, 38(4), 2913-2920.
- [19] M.Pavlović, Lj.Andrić, D.Radulović, Z. Čeganjac (2017) The influence of mechanical activation of talc-filler on the quality of the refractory coatings, 49th International October Conference on Mining and Metallurgy, 18-21. October 2017, Bor Lake, Proceedings,p.53-56,
- [20] M.Pavlović, Lj.Andrić, D.Radulović, M.Petrov (2017) Effect Of Micronized Grinding On The Quality Of The Fillers Based On Cordierite, Mullite and Zircon,Proceedings XVII. Balkan Mineral Processing Congress, BMPC 2017, November 1-3, Antalya, Turkey, p. 607-612.
- [21] ITNMS (1983) Studija Preliminarnih ispitivanja na preradi rude pirofilita- Konjic, Arhiva ITNMS, Beograd.
- [22] Geološki Elaborat o proračunu rezervi i kvaliteta pirofilitnog škriljca u ležištu "Parsovići – Konjic"

(1984) RO Rudarsko-geološki Institut i Rudarsko-geološki fakultet, Tuzla.

- [23] Geološki Elaborat o klasifikaciji, kategorizaciji i proračunu rezervi pirofilitskog škriljca u ležištu "Parsovići" kod Konjica (2003) Sarajevo.
- [24] [24] E.Epstein, A.Bloom (2005) Mineral Nutrition of Plants: Principles and Perspectives. 2nd ed. Sinauer Associates, Sunderland, Maryland.
- [25] Studija o ispitivanju rovne rude pirofilitskog škriljca ležište "Parsovići" Konjic (2017) Arhiva ITNMS Beograd.
- [26] http://www.minerals.net/mineral/pyrophyllite.aspx.
- [27] D.Radulović, Lj.Andrić (2018) Studija separacije kvarca iz rude pirofilita -Parsovići, Arhiva ITNMS, Beograd.

### ABSTRACT

# POSSIBILITY OF APPLYING PYROPHYLITE AS FILLER IN REFRACTORY COATINGS

The paper investigates the procedures for the preparation of fillers based on pyrophyllite for obtaining refractory coatings with controlled rheological properties. Starting samples of pyrophyllite were obtained from the Parsović-B&H deposit. The influence of the micronizing ginding process on the change in the properties of the refractory filler, the change in the size and shape of filler grain, the dispersion and stability of the coating suspension was investigation. To characterize the obtained fillers XRD, SEM and optical microscopy were used. In the second phase of the research, the fillers were subjected to the process of micronizing grinding in the mill with ceramic balls. The upper limit of the size of the input material was 100% -2,00 mm. Micronizing grinding time (min): 15; 20; 25. The aim was to optimize the properties of fillers based on pyrophyllite, to define the composition of coatings and the procedures for their production. The quality of the obtained coatings was controlled in accordance with the standard for this type of refractory products. **Keywords:** pyrophyllite, filler preparation, micronizing grinding, refractory coating, sedimentation stability of suspension.

Scientific paper Paper received: 20. 05. 2020. Paper accepted: 22. 06. 2020. Paper is available on the website: www.idk.org.rs/journal

<sup>© 2020</sup> Authors. Published by Engineering Society for Corrosion. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution 4.0 International license (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)