

К. т. н. **В. П. Тарасовский**<sup>1,2</sup> (✉), д. т. н. **Б. Л. Красный**<sup>2</sup>, д. ф.-м. н. **В. И. Кошкин**<sup>3</sup>,  
к. т. н. **Ю. М. Боровин**<sup>3</sup>, **А. А. Васин**<sup>2</sup>, **А. Д. Смирнов**<sup>2</sup>, к. т. н. **М. Н. Кудряш**<sup>4</sup>

<sup>1</sup> ФГБОУ ВПО «Московский государственный машиностроительный университет (МАМИ)», Москва, Россия

<sup>2</sup> ЗАО «НТЦ «Бакор», Москва, г. Щербинка, Россия

<sup>3</sup> ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет», г. Севастополь, Россия

<sup>4</sup> ООО «КитСтрой СПб», Санкт-Петербурга, Россия

УДК 666.762.11:666.3-127

## КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ПРОНИЦАЕМОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ПОРОШКА УЗКОФРАКЦИОНИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОКОРУНДА И ПОЛЫХ КОРУНДОВЫХ МИКРОСФЕР

Структура проницаемой керамики из порошка узкофракционированного электрокорунда марки F 240 и полых корундовых микросфер исследована с использованием методики компьютерного анализа изображений, полученных в растровом электронном микроскопе. Определены такие количественные показатели, как форма пор, распределение пор по форме, коэффициент извилистости пор и др. Показано, что форма пор оказывает решающее влияние на проницаемость образцов.

**Ключевые слова:** керамика, структура, поры, фактор формы, извилистость, проницаемость, электрокорунд, полые микросферы.

**В** настоящее время горно-обогатительные предприятия, занимающиеся добычей и переработкой различных полезных ископаемых, в связи с истощением коренных месторождений вынуждены переходить на переработку руд с весьма малым содержанием ценных компонентов. Это приводит к необходимости проводить обезвоживание огромного количества суспензий. Сейчас для этих целей наиболее широко используют дисковые вакуумные фильтровальные установки (ДВФУ) с площадью фильтрации 45–75 м<sup>2</sup> (площадь одного фильтрующего элемента 0,025 м<sup>2</sup>) [1]. Повысить производительность ДВФУ можно увеличением количества единичных фильтрующих элементов или увеличением их площади. Другим путем повышения производительности фильтрующих элементов, на наш взгляд, является оптимизация поровой структуры проницаемой керамики из которой изготавливают фильтрующие элементы.

В настоящей работе представлены результаты количественного сравнительного анализа струк-

туры керамики из порошка электрокорунда, имеющего обломочную форму, и полых корундовых микросфер. Для проведения количественного анализа структуры керамики использовали методику количественного анализа РЭМ-изображения [2].

В качестве материалов для изготовления образцов пористой керамики применяли порошок электрокорунда марки F 240 производства ОАО «РУСАЛ Бокситогорск» (ТУ 3988-064-00224450–94), полые корундовые микросферы производства ООО «КитСтрой СПб» и технологическое связующее, синтезированное в ФГБОУ ВПО «МАМИ». Химический состав электрокорунда и технологического алюмосиликатного связующего представлен в табл. 1.

Соотношение в шихте для формования образцов порошок : алюмосиликатное связующее составляло 85 : 15 (мас. %). В качестве временного технологического связующего использовали связующее марки KB 2097 фирмы «Zscimmer&Schwarz GmbH», Германия. Временное связующее вводили в количестве 10 мас. %

Таблица 1. Химический состав корундовых материалов и комплексного технологического связующего, мас. %

Материал	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Электрокорунд F 240	99,77	0,03	–	0,015	–	–	–	0,18	–
Полые корундовые микросферы	99,74	0,03	–	0,017	–	–	–	0,019	–
Алюмосиликатное связующее	31,67	51,58	0,45	0,86	7,52	0,57	0,42	0,47	2,41



В. П. Тарасовский  
E-mail: tarasvp@mail.ru

сверх 100 мас. % по отношению к шихте.

Опытные образцы для проведения исследований формовали методом полусухого двухстороннего прессования на гидравлическом прессе под давлением 30 МПа. Образцы пред-

ставляли собой цилиндры диаметром 40 и высотой 3–5 мм. Обжиг образцов проводили при 1300 °С с выдержкой при максимальной температуре в течение 2 ч в печи с нагревателями из карбида кремния.

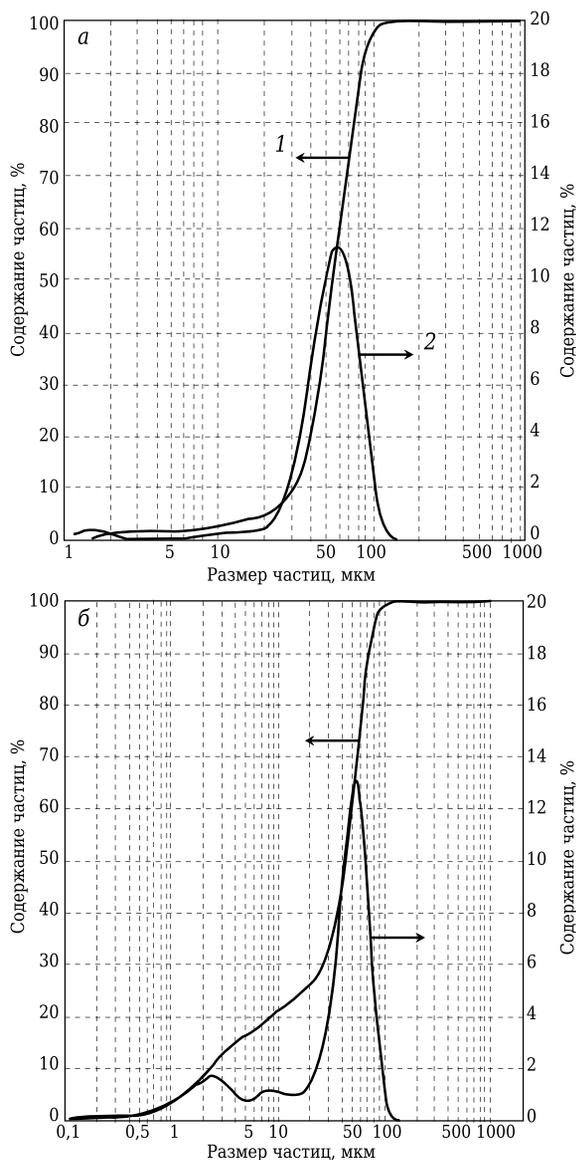


Рис. 1. Интегральное 1 и дифференциальное 2 распределение частиц по размерам: а — F 240; б — корундовые микросферы

Таблица 2. Результаты дисперсионного анализа порошков

Показатели	Порошок	
	F 240	полые корундовые микросферы
Эквивалентный размер частицы порошка, мкм	56,3	40,4
$D_{10}$ , мкм	30,4	2,8
$D_{50}$ , мкм	55,4	43,4
$D_{90}$ , мкм	84,8	71,7
Коэффициент формы частиц порошка	2,1	1,3

Насыпная плотность узкофракционированного порошка электрокорунда 1,66 г/см<sup>3</sup>, полых корундовых микросфер 0,93 г/см<sup>3</sup>. После обжига кажущаяся плотность образцов 2,19 и 1,75 г/см<sup>3</sup>, открытая пористость 40,4 и 38,1 %; предел прочности при сжатии 70 и 50 МПа. Характеристика гранулометрического состава используемых порошков представлена на рис. 1 и в табл. 2.

На основании результатов проведенного гранулометрического анализа исходных порошков можно сделать вывод о том, что взятые для проведения работы порошки достаточно близки по эквивалентному размеру частиц, но значительно различаются по форме частиц.

Микроструктуру (со скола образца) пористой проницаемой керамики из узкофракционированного порошка электрокорунда и полых корундовых микросфер исследовали с помощью растрового электронного микроскопа РЭМ JSM – 6490 LV фирмы «Jeol», Япония. Результаты исследований представлены на рис. 2.

Все дальнейшие излагаемые в настоящей статье результаты исследований основаны на данных компьютерного анализа фотографий микроструктуры проницаемой керамики при различных увеличениях — от ×500 до ×5000.

Гистограммы распределения пор по коэффициенту их формы для двух исследуемых проницаемых керамических материалов показаны на рис. 3. Распределение пор по фактору формы позволяет сделать вывод о том, что в исследованных образцах присутствуют поры различной формы. Однако необходимо отметить, что в образцах из порошка узкофракционированного электрокорунда марки F 240 количество щелевидных и эллипсовидных пор значительно больше, чем в образцах из полых корундовых микросфер. С позиций гидродинамики коэффициент трения при протекании жидкостей и газов по круглым каналам меньше, чем при протекании

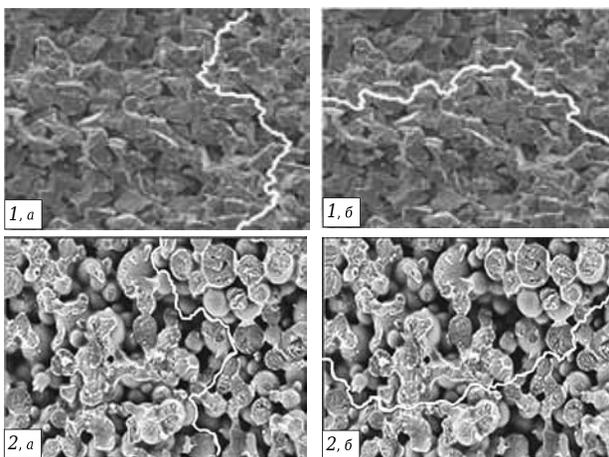
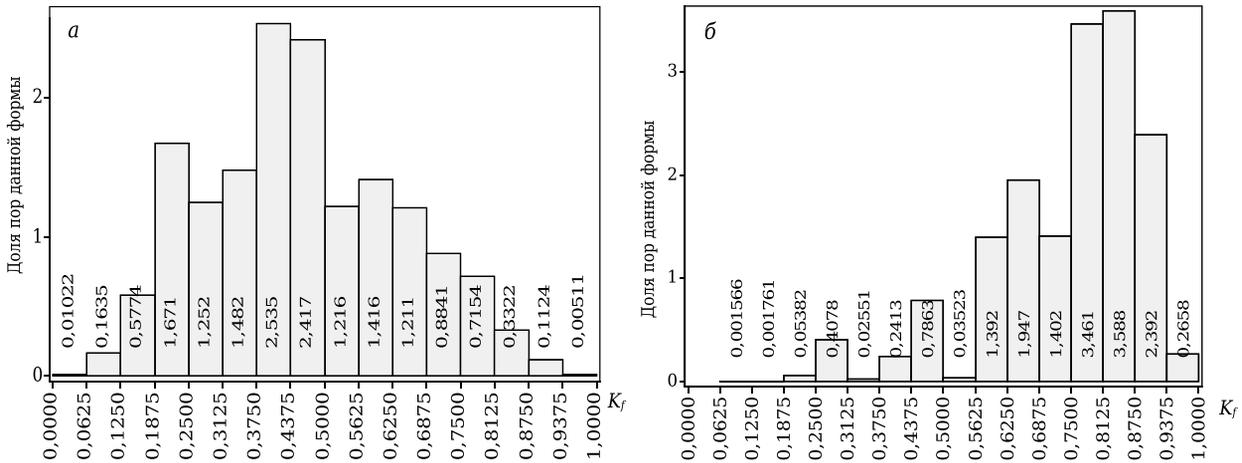


Рис. 2. Микроструктура пористой проницаемой керамики из электрокорунда F 240 (1) и полых корундовых микросфер (2); белая извилистая линия — поровый канал: а — в вертикальном направлении; б — в горизонтальном направлении

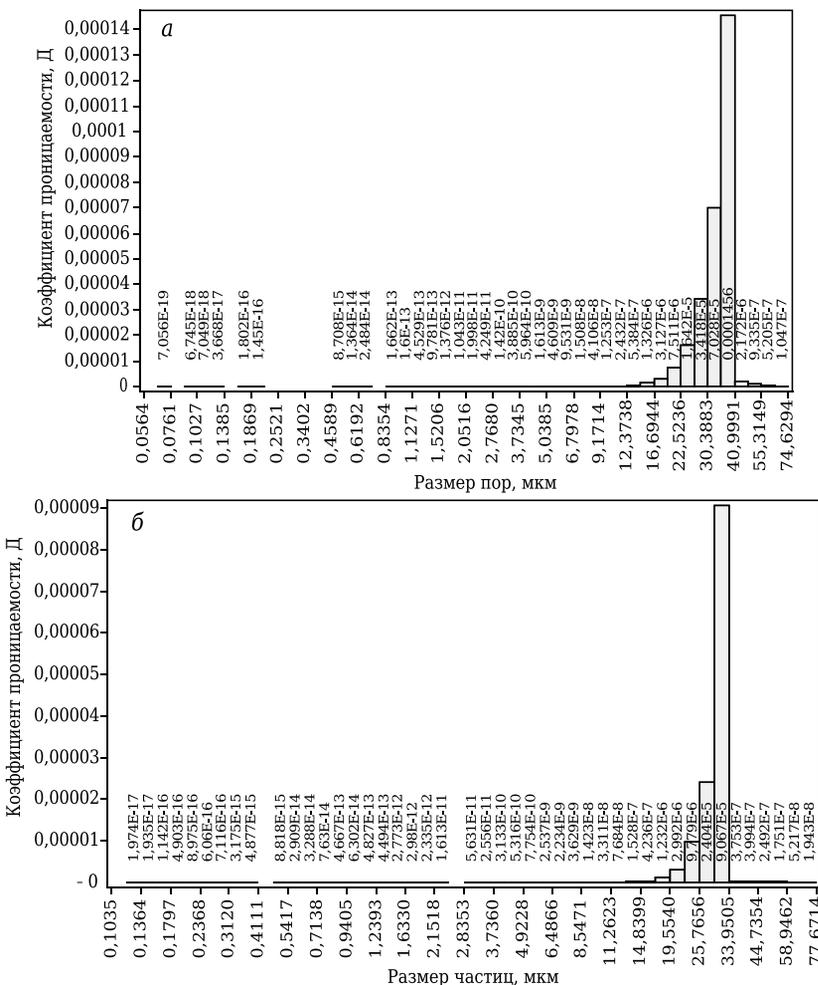


**Рис. 3.** Влияние формы частиц в проницаемой керамике из электрокорунда F 240 (а) и полых корундовых микросфер (б) на распределение в ней пор по коэффициенту формы  $K_f$ : 0,0–0,4 — щелевидные; 0,4–0,7 — эллипсовидные; 0,7–1,0 — округлые

этих же жидкостей и газов по эллипсовидным каналам и в особенности по щелевидным [3].

Компьютерный анализ микроструктуры проницаемой керамики позволяет получить такую характеристику структуры керамики, как вклад различных по размеру пор в общую проницае-

мость керамического материала (рис. 4). Максимальный вклад в проницаемость керамического материала из узкофракционированного электрокорунда марки F 240 вносят поры диаметром от 22 до 40 мкм и материала из полых корундовых микросфер — от 19 до 33 мкм.



**Рис. 4.** Вклад пор различного размера  $D$  в общий коэффициент  $K$  проницаемости материала: а — электрокорунд F 240; б — полые корундовые микросферы

Важной количественной характеристикой структуры проницаемой керамики является ее однородность. Проведена оценка локального градиента интенсивности сигнала в каждой точке по двум взаимно перпендикулярным направлениям. Результаты показаны на рис. 5.

Все образцы изготовлены из порошков с одинаковой формой частиц (изометричные частицы). С точки зрения анизотропии структуры керамики образцы относятся к классу материалов с достаточно однородной структурой [4]. Тем не менее образцы керамики из полых корундовых микросфер имеют более однородную структуру ( $K_a = 3,66\%$ ), чем образцы из порошка узкофракционированного электрокорунда ( $K_a = 8,18\%$ ).

В табл. 3 приведены результаты исследования влияния формы частиц проницаемой керамики на общую пористость плоского сечения и распределение пор по размерам. Исследуемые образцы из различных порошков имели одинаковую пористость и сравнимое распределение пор по размерам.

На основании проведенного исследования микроструктуры

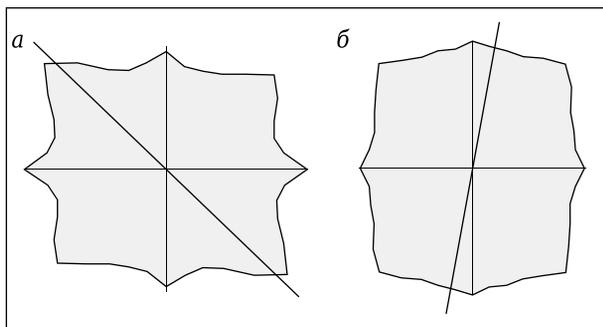


Рис. 5. Ориентация структурных элементов в пространстве: а — электрокорунд F 240,  $K_a = 8,18\%$ ; б — полые корундовые микросферы,  $K_a = 3,66\%$ ;  $K_a$  — коэффициент анизотропии структуры

были вычислены коэффициенты извилистости поровых каналов в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Результаты этих вычислений приведены в табл. 4.

Численные значения коэффициента извилистости для двух сравниваемых материалов практически одинаковы. Однако более высокое численное значение коэффициента проницаемости пористой керамики из порошка полых корундовых микросфер может быть объяснено тем, что в образцах значительно больше доля округлых пор, создающих гораздо меньшее сопротивление потоку жидкости или газа.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показана возможность применения компьютерного анализа РЭМ-изображения для получения количественных параметров структуры керамики с различной формой кристаллов.

Получены численные значения коэффициентов извилистости пор и фактора формы пор для образцов пористой керамики из узкофракционированных порошков электрокорунда обломочной формы и полых корундовых микросфер.

Результаты работы позволяют сделать вывод о том, что использование полых корундовых микросфер дает возможность повысить проницаемость и, следовательно, производительность фильтрующих элементов из такого порошка.

Фильтрующие элементы из полых микросфер будут иметь меньшую массу по сравнению с фильтрующими элементами из узкофракционированного электрокорунда и, следовательно, оказывать меньшую нагрузку на элементы конструкции фильтровальной установки. Это может стать одним из факторов, обеспечивающих длительность эксплуатации фильтровальной установки до капитального ремонта или полной ее замены.

\*\*\*

Работа проведена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации

Таблица 3. Влияние формы частиц в проницаемой керамике на общую пористость плоского сечения\* и распределение пор по размерам

Микроморфометрический параметр	Категория пор		
	$D_1$	$D_2$	$D_3$
Материал образца электрокорунд F 240			
Диаметр пор, мкм	0,05–0,15	0,15–12,96	12,96–74,62
Содержание пор, %	0,7	16,2	83,1
Коэффициент формы	0,31–0,50; 0,68–0,75		
Материал образца полые корундовые микросферы			
Диаметр пор, мкм	0,10–0,94	0,94–7,79	7,79–77,67
Содержание пор, %	0,9	1,6	97,5

\* Общая пористость плоского сечения 36,7 % образца из электрокорунда F 240 и 36,2 % образца из полых корундовых микросфер.

Таблица 4. Значения коэффициентов извилистости поровых каналов в горизонтальном и вертикальном направлениях и коэффициента проницаемости образцов из корундовой керамики

Образец	Коэффициент извилистости		Коэффициент проницаемости, Д
	вертикальное направление	горизонтальное направление	
F 240	0,56	0,49	$1,71 \cdot 10^{-4}$
Полые корундовые микросферы	0,56	0,50	$2,83 \cdot 10^{-4}$

Федерации в рамках Государственного задания № 11.2504.2014/К от 18 июля 2014 г. с использованием оборудования центра коллективного пользования «Научное оборудование в машиностроении».

### Библиографический список

1. **Красный, Б. Л.** Разработка керамического материала и технологии фильтрующих элементов для дисковых вакуумных фильтровальных установок, применяемых при обезвреживании концентратов руд черных и цветных металлов / Б. Л. Красный, В. П. Тарасовский, А. Б. Красный // Новые огнеупоры. — 2009. — № 3. — С. 24–28.
2. **Соколов, В. Н.** Количественный анализ микроструктуры горных пород по их изображениям в растровом электронном микроскопе / В. Н. Соколов // Соросовский образовательный журнал. — 1997. — № 8. — С. 72–78.
3. **Павлов, К. Ф.** Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии, изд. 8-е, пер. и доп. / К. Ф. Павлов, П. Г. Романков, А. А. Носков. — Л.: Химия, 1976. — 552 с.
4. **Трофимов, В. Г.** Грунтоведение / В. Г. Трофимов, В. А. Королёв, Е. А. Вознесенский [и др.]; под ред. В. Т. Трофимова. — 6-е изд., перераб. и доп. — М.: МГУ, 2005. — 1024 с. ■

Получено 16.11.15

© В. П. Тарасовский, Б. Л. Красный, В. И. Кошкин, Ю. М. Боровин, А. А. Васин, А. Д. Смирнов, М. Н. Кудряш, 2016 г.