

# **Исследование процессов формирования микроструктуры проницаемой высокоглиноземистой керамики для микро- и ультрафильтрации дисперсных гидросистем**

*Ю.Г. Павлюкевич, Н.Н. Гундилович*  
*Белорусский государственный технологический университет*  
[keramika@belstu.by](mailto:keramika@belstu.by)

Керамические мембраны для микро- и ультрафильтрации широко используются во многих отраслях промышленности, таких как пищевая промышленность, фармацевтика и биотехнология, молочная промышленность и производство напитков, химическая и нефте-химическая промышленности, металлообработка. Благодаря высокой механической прочности, термо- и химической устойчивости, низкому температурному коэффициенту линейного расширения они применяются для очистки молока и концентрирования молочных продуктов, очистки и осветления фруктовых и овощных соков, для фильтрации рабочих жидкостей при производстве алкогольных напитков, водоочистки.

В качестве наполнителя в исследуемых керамических массах использован глинозем ГК-2, в качестве связующего – глина Керамик-Веской стекло марки ХТ-1. Мел МК-1 и кокс КЛ-1 применялись в качестве дополнительных порообразователей. Содержание глинозема ГК-2 в составах керамических масс варьировалось в пределах 75–85 %, стекла марки ХТ-1 – 3,75–12,5 %; глины Керамик-Веско – 7,5–20 %; гиббсита ГБ-1 – 2,5–5 %. Сверх 100 % в массу вводился мел МК-1 и кокс КЛ-1 в количестве 5 %.

Термический анализ керамических масс осуществлялся на приборе DSC 404 F3 Regasus фирмы NETZSCH. Фазовый состав синтезированных материалов изучался на дифрактометре ДРОН-7 с ионизационной регистрацией рентгеновских лучей. Исследования микроструктуры проводились на сканирующем электронном микроскопе JEOL 7600F (Япония) с системой химического анализа EDXJED-2201 JEOL (Япония). Оценка степени однородности полученных образцов на макроуровне осуществлялась на основании методики анализа результатов исследования кинетики водонасыщения и сушки материалов. Открытая пористость материала определялась по методике ГОСТ 2409. Исследования механической прочности при сжатии синтезированных материалов выполнены на гидравлическом прессе марки Walter + baiag серии LFM 100 (Швейцария) по стандартной методике согласно ГОСТ 8462.

Исследование микроструктуры керамических мембран позволило установить, что при размере каркасообразующих частиц 100–250 мкм поровая структура материала представлена развитой сетью открытых каналобразующих пор размером 10–40 мкм, что позволяет применять разработанный материал для микрофильтрации дисперсных гидросистем. Повышение содержания связующего в составе масс приводит к увеличению

количества образующегося при обжиге расплава и заполнению пор материала стеклофазой. Введение в массу для производства керамических мембран связующего в количестве более 20 % приводит к снижению открытой пористости и росту количества закрытых и тупиковых пор не участвующих в процессах фильтрации.

Использование метода анализа кинетики водонасыщения и сушки образцов керамических мембран позволило установить, что материалы характеризуются высокой степенью однородности структуры на макроуровне, что свидетельствует о равномерном использовании рабочего пористого пространства материала. При температуре обжига 1250 °С значения открытой пористости составляют 52,87–55,66 %; при температуре 1300 °С – 49,30–54,91 %; при температуре 1350 °С – 41,43–49,74%.

Исследование механической прочности образцов позволило установить, что значения механической прочности при сжатии образцов, полученных при температуре обжига 1250 °С составляют 0,167–2,083 МПа, при температуре 1300 °С – 0,291–3,125 МПа, при температуре 1350 °С – 0,860–12,526 МПа, и определяются степенью спекания материала, характером пористости и фазовым составом.

Анализ дифрактограмм позволил установить, что в исследуемых проницаемых материалах основной кристаллической фазой является корунд и муллит. Введение гиббсита приводит к росту механической прочности, что обусловлено активизацией процесса муллитообразования. Введение гиббсита способствует росту игольчатых кристаллов муллита и степени кристалличности материала связки.

Согласно данным дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) исследуемые массы имеют экзоэффект в интервале температур 920–990 °С, который обусловлен образованием скрыто-кристаллического муллита, причем величина экзоэффекта зависит от содержания глины и гиббсита в составах масс. При равном содержании глины величина экзоэффекта выше у составов, содержащих гиббсит, что свидетельствует о активном взаимодействии оксида алюминия  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , образующегося при разложением  $\text{Al}(\text{OH})_3$  в интервале температур 220–360 °С, с оксидом кремния  $\text{SiO}_2$ , входящим в состав связующего.

Одной из важнейших эксплуатационной характеристикой керамических мембран является проницаемость. Она характеризует способность материала пропускать дисперсионную среду и определяет производительности фильтрующей системы. Значения коэффициента проницаемости и открытой пористости исследуемых керамических образцов, обожженных при температуре 1350 °С составляют  $(4,213\text{--}5,867) \cdot 10^{-8} \text{ м}^2$ . Наблюдается корреляция значений коэффициента проницаемости образцов с соответствующими значениями открытой пористости.

В результате проведенной работы установлено, что использование связующего на основе стекла марки ХТ-1, глины огнеупорной Керамик-Веско и гиббсита ГБ-1 позволяет интенсифицировать процесс спекания

высокоглиноземистой проницаемой керамики и при температуре обжига 1350 °С получать изделия, обладающие высокими эксплуатационными свойствами. Бороалюмосиликатный расплав, образующийся при плавлении материалов связки, характеризуется высокой вязкостью и поверхностным натяжением, и обеспечивает конгломерацию частиц глинозема, формируя открытые каналобразующие поры.

Введение гиббсита в состав связующего интенсифицирует формирование муллита, как в объеме материала связки, так и на поверхности зерен наполнителя.  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , образующийся при его термической диссоциации, с одной стороны, активно переходит в бороалюмосиликатный расплав, насыщая его оксидом  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и, меняя физико-химические свойства расплава, с другой стороны, обладая высокой химической активностью, усиливает кристаллизацию, тем самым способствуя росту значений механической прочности.

Установлено, что величина механической прочности фильтрующей керамики также определяются площадью контакта между частицами. Чем она выше, тем на большую площадь распределяется прилагаемая нагрузка, а, следовательно, и выше механические показатели. Площадь контакта частиц в материале зависит от количества вводимого связующего и дисперсности зерен наполнителя. При фракции глинозема 100–250 мкм наибольшая прочность достигается при введении 25 % связующего.

В результате выполнения исследований разработан состав керамической массы, включающий в качестве наполнителя глинозем в количестве 80 %, а в качестве связующего глину огнеупорную Керамик-Веско – 12,5 %, стекло марки ХТ-1 – 5 %, гиббсит ГБ-1 – 2,5 %, мел МК-1 – 5 %, обеспечивающий при температуре синтеза 1350 °С высокие эксплуатационные свойства фильтрующей керамики: кислотостойкость 99,65 %; механическая прочность при сжатии 6,41 МПа; коэффициент проницаемости  $5,32 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2$ .