

# 基于硅铝微粉与改性聚磷酸铵复配填料体系的阻燃纸性能研究

薛袭岳<sup>1</sup>, 林碧莹<sup>1</sup>, 殷志刚<sup>2</sup>, 常丽娟<sup>2</sup>, 张文晖<sup>1,2</sup>

(1.天津市制浆造纸重点实验室, 生物基纤维材料全国重点实验室, 天津科技大学轻工科学与工程学院, 天津 300457; 2.锂资源综合利用与新型电池基础锂材料四川省重点实验室, 天齐锂业股份有限公司, 成都 610299)

**摘要:**随着对消防安全和绿色环保材料需求的日益增长,赋予纸张阻燃性能已成为造纸领域的重要研究方向。本文提出以硅烷偶联剂KH550改性聚磷酸铵(APP),并与硅铝微粉复配,构建一种新型浆内添加型阻燃填料体系。通过傅里叶变换红外光谱(FTIR)和水接触角测试,验证了KH550成功接枝于APP表面,且显著提高其疏水性和分散性。将复配填料加入纸浆中制备阻燃纸,系统考察不同改性APP比例对纸张阻燃性能与物理性能的影响。结果表明:随着改性APP比例的增加,纸张的自熄能力明显增强,燃烧长度余量最高达70%,呈现出优异的阻燃性能。物理性能方面,改性APP的引入显著提高纸张的紧度、耐折度、抗张指数与耐破指数,这源于改性APP与纤维间氢键的增强作用。此外,撕裂指数随改性APP比例升高而降低,可能归因于高柔性填料引起裂纹路径简化与纤维拔出能耗下降。该研究为阻燃纸的工业化绿色制备提供了新思路,也为锂渣资源化利用提供了有效路径。

**关键词:**阻燃纸;聚磷酸铵;KH550;硅铝微粉;浆内添加;物理性能

随着人们对消防安全和环境可持续性的日益关注,阻燃材料的开发已成为材料科学的关键领域。纸张作为一种在包装、印刷、建筑和日常生活中广泛使用的材料,具有易燃的固有特性,在易发生火灾的环境中构成重大安全风险。为克服这一局限性,阻燃纸的开发已引起越来越多的关注。

为赋予纸张阻燃性能,在造纸过程中可通过表面处理或浆内添加等方式引入各种阻燃剂<sup>[1]</sup>。这些阻燃剂通常可分为两大类:有机阻燃剂(包括有机溴系和有机磷系)和无机阻燃剂(包括无机磷系和金属氢氧化物/氧化物)<sup>[2]</sup>。其中,聚磷酸铵(APP)是一种无机氮磷系阻燃剂,具有高效阻燃、低烟、低毒、热稳定性较好和化学稳定性好等优点,成为近年来的研究热点。陆海梅等<sup>[3]</sup>利用农业废弃秸秆制备全组分木质纤维素纳米纤维(LCNF),通过水系机

械球磨法将APP均匀负载在LCNF上,成功制备出绿色高效的木质纤维素基阻燃剂,当浆内添加量达到10%时,可实现纸张的自熄效果,极限氧指数达到36.4%。潘睿东等<sup>[4]</sup>以正硅酸乙酯和甲基三乙氧基硅烷为前驱体,采用溶胶-凝胶法对APP进行微胶囊化改性,以提高其疏水性。当浆内添加量达到40%时,纸张的极限氧指数达到31.8%,达到难燃级别。QIN等<sup>[5]</sup>采用聚磷酸铵/蒙脱土(APP/MMT)纳米复合物,通过涂布的方式对低定量纸进行阻燃处理,当APP/MMT含量超过10%时,阻燃纸可在点燃后立即熄灭,并且薄型阻燃纸层可作为保护层直接用于聚合物表面的阻燃处理。LIU等<sup>[6]</sup>采用三聚氰胺甲醛树脂(MF)和硅烷偶联剂依次对APP进行双层微胶囊化,当浆内添加20%时,纸张的极限氧指数为34.5%,达到难燃标准。

基金项目:锂资源与锂材料四川省重点实验室开放基金项目(LRMKF202306)

作者简介:薛袭岳(2001—),硕士研究生;通信作者:张文晖,副研究员,zhangwhui@tust.edu.cn。

硅铝微粉是锂渣经研磨细化后的一种副产品,其主要成分是 $\text{SiO}_2$ 和 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,具有良好的化学稳定性和热稳定性,具有作为造纸填料的潜力<sup>[7]</sup>。APP在纸浆中直接添加存在两个显著问题:(1)较强的吸湿性会降低阻燃性能。(2)APP在水力剪切作用易黏附于生产设备表面,影响生产效率和产品质量。为解决上述问题,本文提出通过硅烷偶联剂KH550对APP进行表面改性,以提高其疏水性能,从而改善其在纸浆中的分散性和稳定性。在此基础上将改性后的APP与硅铝微粉按一定比例复配作为复合填料加入纸浆中,制备阻燃纸。重点考察不同APP添加比例对纸张物理性能及阻燃性能的影响,旨在为采用浆内添加法工业化生产阻燃纸提供理论依据和技术支持,同时也为锂渣在造纸填料领域的资源化利用提供可行路径和参考依据。

## 1 实验

### 1.1 原料与试剂

漂白化学针叶木商品浆(简称针叶木浆)、漂白化学阔叶木商品浆(简称阔叶木浆),厦门建发浆纸集团有限公司;聚磷酸铵(APP),山东优索化工科技有限公司;硅烷偶联剂KH550,东莞市康锦新材料科技有限公司;无水乙醇,天津市风船化学试剂科技有限公司;冰乙酸,天津市汇杭化工科技有限公司;阳离子聚丙烯酰胺(CPAM,相对分子质量约500万),天津市康菲新材料科技有限公司;硅铝微粉(由锂辉石提锂过程产生的锂渣经过脱硫除铁等除杂工艺后获得的人造硅铝酸盐矿物,主要成分为 $\text{SiO}_2$ 和 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,575℃焙烧测得灰分为96.7%),天齐锂业股份有限公司。

### 1.2 仪器与设备

11952419型标准浆料疏解器,瑞典ABB公司;1304027型瓦力打浆机,日本KRK仪器制造公司;RK-3A-KWT型快速纸页成型器,奥地利PTI仪器制造公司;AAX100156型光学接触角测量仪,瑞典百欧林科技有限公司;DCP-MIT135型电脑测控耐折度仪,四川长江造纸仪器有限责任公司;014型肖伯式打浆度测定仪、12012028型厚度仪、982407型环压强度测试仪、969920型耐破度测试仪、970290型撕裂度测试仪、991739型抗张强度测试仪,瑞典L&W公司;Bettersize3000型激光粒度分析仪,丹东百特仪器有限公司;FTIR-650型傅里叶变换红外光

谱仪,天津港东科技股份有限公司;VOS-30A型真空干燥箱,施都凯仪器设备(上海)有限公司;NP-30S型漩涡混合器,常州恩培制造有限公司;JSM-IT300LV型扫描电子显微镜(SEM,配备能谱仪),日本电子公司;COI型氧指数燃烧测试仪,莫帝斯燃烧技术(中国)有限公司。

### 1.3 实验与分析方法

#### 1.3.1 KH550改性APP的制备方法

称取10 g APP于50 mL烧杯中,加入15 mL无水乙醇后超声20 min,然后在室温下以200 r/min磁力搅拌20 min,升温至70℃,得到试剂A。将0.6 mL硅烷偶联剂KH550与1 mL无水乙醇混合均匀后,用冰乙酸调节pH值至3.5~5.0,然后在漩涡混合器中混合反应30 min,得到试剂B。在400 r/min磁力搅拌下,将试剂B缓慢滴入试剂A中,在70℃水浴中反应1 h,快速冷却、过滤,并用去离子水和无水乙醇交替洗涤4次,最后在60℃、-0.09 MPa真空干燥箱中真空干燥12 h,得到改性APP。

#### 1.3.2 纸样抄造

用瓦力打浆机对两种商品浆分别进行打浆,其中针叶木浆和阔叶木浆分别打浆至40°SR和38°SR。然后将改性APP与硅铝微粉按一定比例(改性APP质量分数分别为0%、25%、50%、75%、100%)在200 mL水中混合,配制成悬浮液备用。将针叶木浆和阔叶木浆按照质量比3:1进行混合,经过标准纤维解离器疏解后,依次加入相对于绝干浆质量0.3%的CPAM和30%的APP-硅铝微粉悬浮液(以固体填料计)。将浆料搅拌充分后,并采用快速纸页成型器抄片,经干燥后得到纸样(定量为100 g/m<sup>2</sup>)。

#### 1.3.3 纸样物理性能测量

根据最新的国家标准方法对纸样分别进行定量、白度、紧度、耐破度、耐折度、撕裂指数、抗张指数和环压指数的测定。

#### 1.3.4 纸样阻燃性能分析

裁取15 mm×110 mm的纸样进行阻燃实验,纸样水平放置,用酒精灯点火3 s后移开,采用相机拍摄并记录纸样燃烧情况,每个样品重复6次。纸样燃烧长度余量是根据纸样燃烧后残留长度占原纸样长度的百分比计算得出的。氧指数根据GB/T 2406.2—2009进行测定。

#### 1.3.5 其他分析方法

取1 mg固体样品与150 mg KBr粉末研磨混合,

压制成片(压力 10 MPa、保压 1 min),采用傅里叶变换红外光谱仪(透射模式)测量固体样品的红外光谱。采用傅里叶变换红外光谱仪(衰减全反射模式)直接测量液体样品的红外光谱。

将试样压制成薄片(压力 10 MPa、保压 5 min),采用光学接触角测量仪测定样品的水接触角。

采用扫描电子显微镜及能谱分析(SEM-EDS)表征纸样燃烧前后的表面形貌与元素组成。

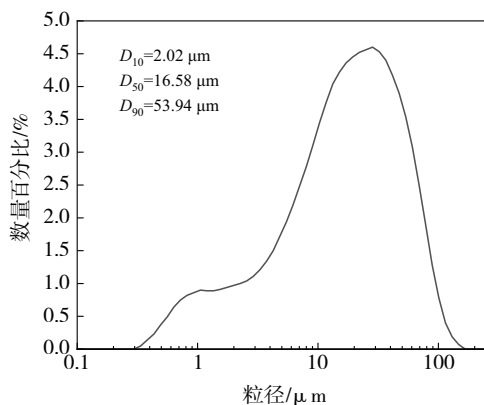
## 2 结果与讨论

### 2.1 硅铝微粉与改性 APP 的性质

硅铝微粉的外观、粒径分布见图 1。硅铝微粉呈白色,加填到纸浆后,纸张的白度基本没变化(ISO 白度保持在 80%)。硅铝微粉的粒径分布在 0.337~147.4  $\mu\text{m}$ ,其中  $D_{10}$ 、 $D_{50}$  和  $D_{90}$  分别为 2.02、16.58 和 53.94  $\mu\text{m}$ 。



(a) 硅铝微粉实物



(b) 粒径分布

图 1 硅铝微粉的外观、粒径分布

图 2 为 KH550、APP 和 KH550 改性 APP 的 FTIR 谱图。通过对比分析可知,改性 APP 出现新峰  $2883\text{ cm}^{-1}$ ,这归属于甲基的对称伸缩振动峰<sup>[8]</sup>。在  $1108\text{ cm}^{-1}$

处的吸附峰强度略有增强,这归属于 Si—O 键的不对称伸缩振动,说明 KH550 成功地接枝到 APP 上<sup>[9]</sup>。此外,经过 KH550 改性后,APP 的水接触角从  $21.6^\circ$  增大到  $48.7^\circ$ (见图 3),也说明 KH550 成功地接枝到 APP 上,提高了 APP 的疏水性。

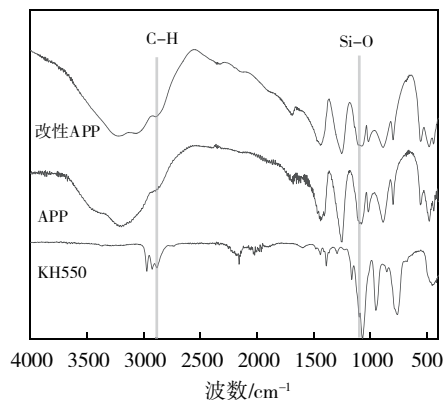


图 2 KH550、APP 和改性 APP 的 FTIR 谱图

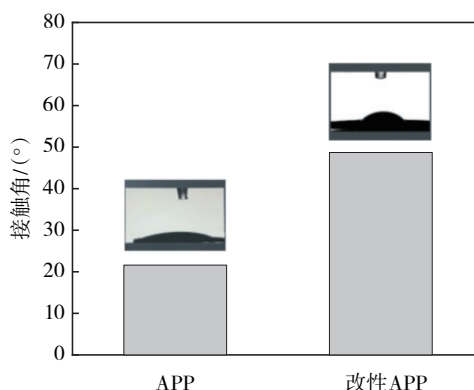
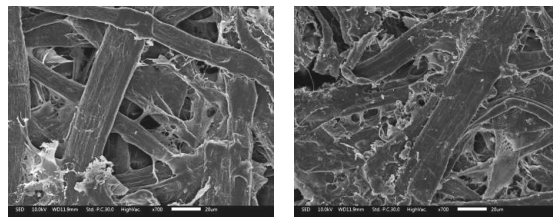


图 3 APP 改性前后的水接触角

图 4 为纸样的 SEM 图。对比结果显示,加入 APP 与硅铝微粉后,纸张孔隙率显著降低,表明填料有效填充了纤维间的孔隙。从图 4 中可以观察到,APP 颗粒与纤维形成了紧密结合,而未见大量独立颗粒;同时,可见纤维表面及纤维间散布着尺寸较小、具有棱角的颗粒,应为硅铝微粉。



(a) 未加填纸样 (b) 加填 75% 改性 APP 的纸样

图 4 纸样的 SEM 图

## 2.2 改性APP比例对纸张阻燃性能的影响

在加填量保持30%不变的情况下,调节混合填料中的改性APP比例,得到纸样的燃烧过程如图5所示。由图5可以看出:当填料只含有硅铝微粉(改性APP质量分数为0%)时,纸样点燃后的火焰比较旺盛,且燃烧过程几乎没有残炭。当填料开始混有改性APP时,燃烧过的纸样开始出现完整炭层。在改性APP质量分数达到50%时,纸样开始出现自熄现象,且燃烧长度余量达到35%左右(见图6)。当改性APP比例进一步增大时(质量分数 $\geq 75\%$ ),纸样出现了自熄现象,燃烧长度余量分别达到60%和70%左右。氧指数测试结果表明,未加填纸样的氧指数为17.5%;而加填75%改性APP的纸样,其氧指数提升至20.4%。

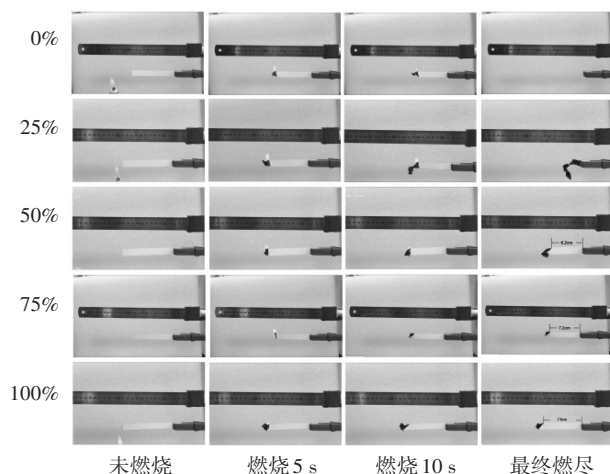


图5 不同改性APP比例的纸样燃烧测试图

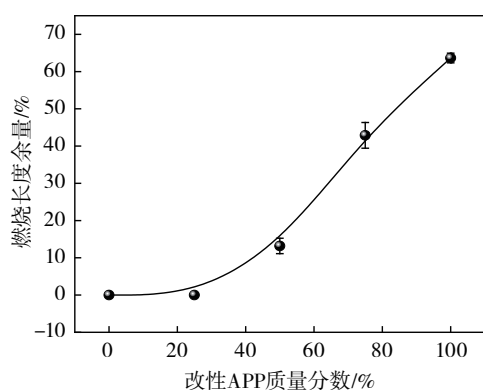
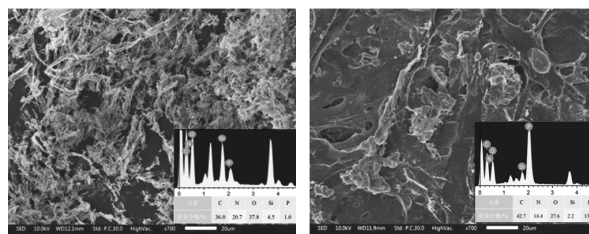


图6 改性APP比例对纸样燃烧长度余量的影响

图7为纸样燃烧残留物的表面形貌与能谱图。未加填纸样的燃烧残留物呈蓬松多孔结构,且存在大量不连续孔隙,表明其在燃烧过程中形成的炭层

质量较差,无法有效阻隔热质传递与可燃气体扩散。相比之下,加填样品的燃烧残留物呈现出完整致密的连续结构,表明APP与硅铝微粉在燃烧时协同作用,促进了致密保护性炭层的形成。该炭层作为物理屏障,能有效抑制氧气渗透与挥发性可燃物的释放,从而显著增强纸张的阻燃性能。

改性APP与硅铝微粉复配后加填到纸浆中,对成纸阻燃性能的主要机制包括:(1)改性APP受热后会产生氨气与聚磷酸,所产生的氨气能稀释可燃气体,降低火焰强度,起到气相阻燃作用(见图7,氮元素的质量分数由20.7%降至14.4%)。(2)聚磷酸催化纤维素脱水,生成磷酸酯,促进形成交联炭层(见图7,磷元素的质量分数由1.0%上升至13.1%)。同时,由KH550引入的硅氧烷受热转化成无定形的二氧化硅,嵌入到炭层中,形成致密的“炭-硅”复合层,隔绝热量和氧气,起到凝聚相阻燃作用<sup>[10]</sup>。(3)硅铝微粉作为热稳定性高的无机填料(其中 $\text{SiO}_2$ 质量分数约63%, $\text{Al}_2\text{O}_3$ 质量分数约24%)具有物理稀释可燃物和吸收降温效应等作用,也起到一定的阻燃效果。



(a)未加填纸样 (b)加填75%改性APP的纸样  
图7 纸样燃烧后残留物的表面形貌与能谱图

## 2.3 改性APP比例对纸张物理性能的影响

改性APP比例对纸张紧度的影响如图8(a)所示。增大改性APP比例将增大纸页的紧度。当填料只含硅铝微粉(改性APP的质量分数为0%)时,紧度为 $0.46 \text{ g/cm}^3$ ;当改性APP质量分数增大至100%时,紧度增大至 $0.57 \text{ g/cm}^3$ 。无机填料(如碳酸钙、高岭土和本研究中硅铝微粉)破坏了纤维间的有效结合,并且其刚性阻碍了纸张结构的紧密压实,导致加填后纸页的紧度下降<sup>[11]</sup>。

改性APP比例对纸张耐折度、抗张指数、耐破指数和环压指数的影响如图8(b)—图8(e)所示。随着改性APP比例增加,耐折度整体呈上升趋势。只有硅铝微粉加填时,耐折度只有最小值12次;当改性

APP质量分数超过50%时,耐折度增幅明显加大;当进一步增大改性APP质量分数至100%时,耐折度达最大值403次。说明改性APP对提升纸张耐折性能作用显著,硅铝微粉比例高时则耐折性差。抗张指数与耐破指数几乎随着改性APP比例增加,呈线性增大的趋势。只加填硅铝微粉时,抗张指数和耐破指数分别只有26.46 N·m/g和1.58 kPa·m<sup>2</sup>/g;当改性APP质量分数达到100%时,抗张指数和耐破指数达到最大值,分别为56.9 N·m/g和3.62 kPa·m<sup>2</sup>/g。

耐折度、抗张指数与耐破指数随着改性APP比

例的增大而增大的主要原因是:相对于硅铝微粉阻碍纤维间的氢键结合而言,APP经过硅烷偶联剂KH550改性后加填到纸浆中,其表面残留的未反应羟基(—OH)和引入的氨基(—NH<sub>2</sub>)可与纸浆中纤维素表面的羟基形成氢键网络,有效提高纤维间的有效结合强度,从而提高抗张指数和耐破指数<sup>[12]</sup>。此外,硅铝微粉对耐折度有着多重影响<sup>[13]</sup>:(1)硅铝微粉如同传统造纸填料一样,填料的加入占据了纤维间的空隙,减少了纤维间的接触面积,降低了纸张的整体结合强度;(2)提高填料含量会显著降低

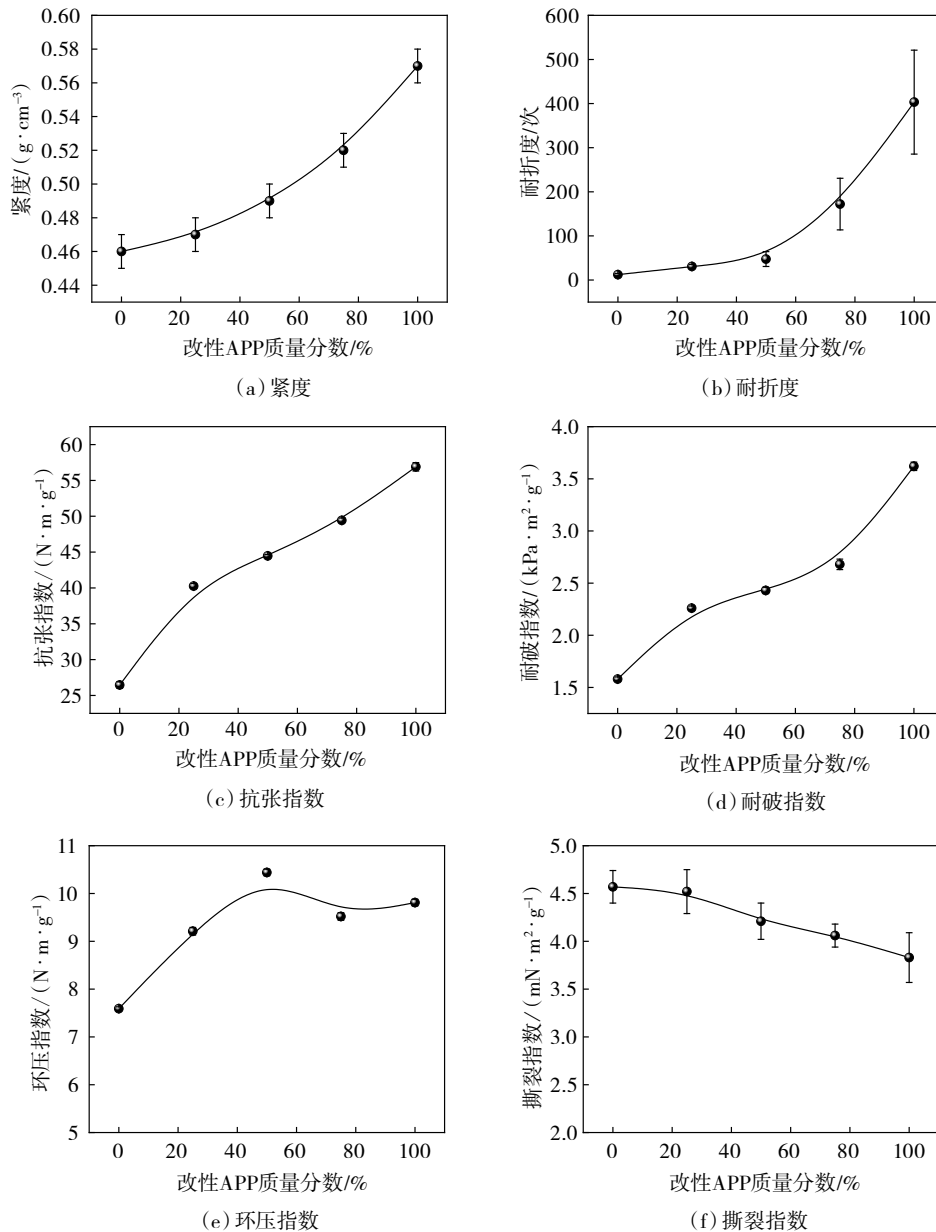


图8 改性APP比例对于纸张物理性能的影响

干纸页的结合能与内结合力。由于耐折度依赖于纸张在反复弯折过程中吸收与释放能量的能力,当填料含量较高时,纤维间结合被削弱,能量难以有效耗散,导致应力在折线处集中,最终引发纸张破裂。因此,在改性APP与硅铝微粉共同作用下,随着改性APP比例提高,耐折度会显著增大。

如图8(e)所示,增大改性APP比例,环压指数存在一个极大值。当改性APP质量分数小于50%时,增大改性APP比例,环压指数线性增大至 $10.44 \text{ N}\cdot\text{m/g}$ ;进一步增大改性APP比例,环压指数由极大值下降至 $9.52 \text{ N}\cdot\text{m/g}$ 。环压指数不仅与纤维间的有效结合强度有关,还与纸页的结构密度有关。当改性APP比例增大时,一方面导致纤维间的有效结合强度增强,增大环压指数;另一方面,还会导致纸页厚度降低(如改性APP质量分数分别为0%、50%、100%时,纸页厚度分别为0.22、0.20、0.15 mm),削弱抗压能力,降低环压指数。

调节改性APP比例对纸张撕裂指数的影响如图8(f)所示。总体上,纸张撕裂指数随着改性APP比例的提高而线性降低。纸张的撕裂指数与纤维长度、纤维拔出所需能量以及裂纹扩展路径的复杂度有关。硅铝微粉的高刚性及形貌(粗糙表面)可增加裂纹路径的复杂度,增强撕裂能,因此减少硅铝微粉比例(或增大改性APP比例)使得断裂路径变得更直和易滑,从而导致撕裂指数的降低<sup>[14]</sup>。

### 3 结论

(1)KH550成功改性APP,并显著改善了其疏水性:FTIR和水接触角测试表明,KH550可有效接枝于APP表面,水接触角由 $21.6^\circ$ 提升至 $48.7^\circ$ ,有助于改善其在纸浆中的分散性及稳定性。

(2)复配填料体系赋予了纸张优异的阻燃性能:当改性APP比例 $\geq 75\%$ 时,纸张表现出明显的自熄特性,燃烧长度余量最高达70%,形成了完整致密的炭-硅复合炭层,阻隔热量和氧气传递。

(3)改性APP可以提升纸张结构强度:改性APP中的残余羟基和引入的氨基与纤维素表面的羟基形成氢键网络,增强了纤维间的结合强度,使纸张的抗张指数、耐破指数和耐折度随改性APP比例的增加而显著提高。高比例改性APP替代刚性硅铝微粉后,纸页撕裂路径趋于简化,纤维拔出阻力降低,导致撕裂指数下降。

复配填料体系的综合性能可调控性强,通过控制复配比例,在保持加填量恒定的前提下,可实现对纸张阻燃性能与力学性能的多维度优化,具有良好的应用前景。

### 参考文献:

- [1] CHENG Y, HUI L, LI M, et al. Reactive ammonium phosphate flame retardant in improving the flame retardancy of air filter paper[J]. *Cellulose*, 2023, 30(10): 6571–6587.
- [2] 杨扬. 阻燃纸的研究现状及阻燃性能表征[C]//中国造纸学会第十八届学术年会论文集. 北京: 中国造纸学会, 2018: 240–243.
- [3] 陆海梅, 王超, 王洪坤, 等. 全组分微纳化木质纤维素基聚磷酸铵阻燃剂的制备及在纸张中的应用[J]. *材料导报*, 2023, 37(10): 58–65.
- [4] 潘睿东, 姚志伟, 张宇, 等. 聚磷酸铵微胶囊化改性及其制备疏水阻燃纸的研究[J]. *中国造纸*, 2023, 42(10): 38–43, 168.
- [5] QIN P, YI D, XING J, et al. Study on flame retardancy of ammonium polyphosphate/montmorillonite nanocompound coated cellulose paper and its application as surface flame retarded treatment for polypropylene[J]. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 2021, 146: 2015–2025.
- [6] LIU K, WANG Z, PAN R, et al. Double-layer microencapsulation of ammonium polyphosphate and its enhancement on the hydrophobicity and flame retardancy of cellulose paper[J]. *International journal of biological macromolecules*, 2025, 284: 137924.
- [7] 何卓凡, 宋顺喜, 杜盛静, 等. 锂渣作为造纸填料的可行性探讨[J]. *中国造纸*, 2024, 43(2): 65–71.
- [8] WANG A, ZHAO C, YIN H, et al. Encapsulation of aluminum flakes with KH550, silica sol, and stearic acid for the preparation of waterborne Al@KH550@SiO<sub>2</sub>@SA composite pigments[J]. *Journal of coatings technology and research*, 2025: 1–16. DOI: 10.1007/s11998-025-01092-w.
- [9] LIU J C, XU M J, LAI T, et al. Effect of surface-modified ammonium polyphosphate with KH550 and silicon resin on the flame retardancy, water resistance, mechanical and thermal properties of intumescent flame retardant polypropylene[J]. *Industrial & engineering chemistry research*, 2015, 54(40): 9733–9741.
- [10] ZHENG X, DENG M, JIA H, et al. Surface modification of intumescent flame retardant and its application in polypropylene with excellent fire performance and water resis-

- tance[J]. *Polymers*, 2025, 17(3): 399.
- [11] 范玉敏, 钱学仁. 粉煤灰用作造纸填料的研究[J]. *中国造纸*, 2012, 31(4): 22-26.
- [12] 王昭晖, 沈一丁, 费贵强, 等. 水溶性PVA纤维接枝硅烷偶联剂及其对纸张的增湿强作用[J]. *功能材料*, 2013, 44(4): 471-475.
- [13] HUBBE M A, GILL R A. Fillers for papermaking: a review of their properties, usage practices, and their mechanistic role[J]. *Bioresources*, 2016, 11(1): 2886-2963.
- [14] KINNUNEN T. Effect of filler particle size and shape on paper properties[D]. Lappeenranta: Lappeenranta University of Technology, 2025.

## Study on Performances of Flame-Retardant Paper Based on Silicon-Aluminum Micropowder and Modified Ammonium Polyphosphate-Composite Filler System

XUE Xiyue<sup>1</sup>, LIN Biying<sup>1</sup>, YIN Zhigang<sup>2</sup>, CHANG Lijuan<sup>2</sup>, ZHANG Wenhui<sup>1,2</sup>

(1.Tianjin Key Laboratory of Pulp and Paper, State Key Laboratory of Bio-based Fiber Materials, College of Light Industry Science and Engineering, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300457, China; 2.Key Laboratory of Sichuan Province for Lithium Resources Comprehensive Utilization and New Lithium Based Materials for Advanced Battery Technology, Tianqi Lithium Corporation, Chengdu 610299, China)

**Abstract:** With the increasing demand for fire safety and green environmental protection materials, endowing paper with flame retardant properties has become an important research direction in the field of papermaking. In this paper, a novel in-pulp additive flame retardant filler system was constructed by modifying ammonium polyphosphate (APP) with silane coupling agent KH550 and compounding it with silica - alumina micropowder. The successful grafting of KH550 onto the surface of APP, which significantly improved its hydrophobicity and dispersibility, was verified by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and water contact angle test. The composite filler was added into pulp to prepare flame retardant paper, and the effects of different proportions of modified APP on the flame retardant properties and physical properties of the paper were systematically investigated. The results showed that with the increase of the proportion of modified APP, the self-extinguishing ability of the paper was significantly enhanced, and the residual burning length reached up to 70%, showing excellent flame retardant performance. In terms of physical properties, the introduction of modified APP significantly improved the tightness, folding endurance, tensile index and burst index of the paper, which was attributed to the enhanced hydrogen bonding between modified APP and fibers. On the other hand, the tear index decreased with the increase of the proportion of modified APP, which might be due to the simplified crack path and reduced energy consumption of fiber pull-out caused by the highly flexible filler. This study provides a new idea for the industrial green preparation of flame retardant paper and an effective path for the resource utilization of lithium slag.

**Key words:** flame retardant paper; ammonium polyphosphate; KH550; silica - alumina micropowder; in - pulp addition; physical properties