

А. В. Степнов¹, д. т. н. И. В. Беляев² (✉), к. т. н. В. Е. Баженов³,
А. А. Павлов², А. В. Киреев¹

¹ ООО «Центр плазменного напыления», г. Владимир, Россия

² ФГБОУ ВО «Владимирский государственный университет имени А. Г. и Н. Г. Столетовых», г. Владимир, Россия

³ ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

³ ООО «Технологии плазменного напыления», г. Владимир, Россия

УДК 661.862.22-492.2:504.064.4

РЕЦИКЛИНГ ПОРОШКА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ

Исследована возможность повторного использования порошковых отходов Al_2O_3 , образующихся при изготовлении керамических огнеупорных изделий методом плазменного напыления. Установлено, что исследуемые отходы представляют собой обособленные частицы и спекшиеся конгломераты частиц α - и γ - Al_2O_3 , а также оксиды железа в виде Fe_2O_3 и Fe_3O_4 . Показано, что для повторного использования отходы необходимо освободить от конгломератов Al_2O_3 и оксидов железа путем просеивания через сита и магнитного сепарирования. Экспериментально доказано, что после такой обработки порошок может быть повторно использован для нанесения покрытий и изготовления изделий методом плазменного напыления без снижения их качества.

Ключевые слова: плазменное напыление, порошковые отходы Al_2O_3 , магнитная сепарация, рециклинг.

ВВЕДЕНИЕ

Важными задачами любого производства являются снижение затрат на исходные сырьевые материалы и повышение коэффициента их использования. Одним из способов решения этих проблем является повторное использование собственных отходов производства. Это позволяет не только уменьшить себестоимость продукции, но и повысить экологическую чистоту производства.

При изготовлении керамических изделий из чистого Al_2O_3 методом плазменного напыления около 40 мас. % исходного порошка для напыления уходит в отходы. Основная масса этих отходов представляет собой частицы Al_2O_3 , прошедшие через плазму, но не подвергшиеся удару об оправку (мастер-модель). В технической литературе отсутствуют достоверные сведения о гранулометрическом и фазовом составе этих отходов, а также о наличии в них посторонних вредных примесей. Все это не позволяет прямо без какой-либо подготовки использовать имею-

щиеся порошковые отходы в технологии плазменного напыления.

В настоящей работе исследовали возможность повторного использования отработанного порошка Al_2O_3 в технологиях плазменного напыления.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для плазменного напыления изделий использовали α - Al_2O_3 — электрокорунд белый марки 25А в виде дробленого порошка со средним размером частиц 32 мкм (рис. 1). Для реализации процесса плазменного напыления

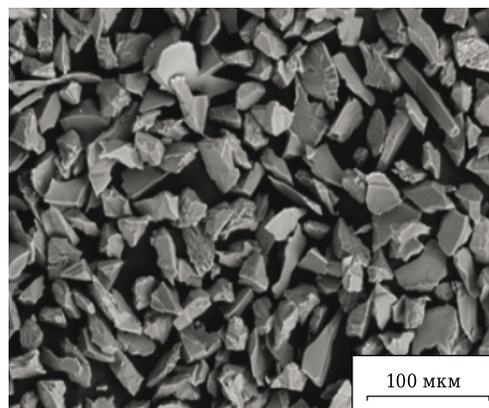


Рис. 1. Порошок, применяемый для изготовления плазменно-напыленных изделий

✉
И. В. Беляев
E-mail: belyaev-iv54@yandex.ru

использовали установку УПН-350 (Россия). Плазмообразующим газом являлся сжатый воздух. Параметры плазменного напыления были постоянными: ток дуги плазмотрона 125–130 А, напряжение 200–210 В, давление плазмообразующего газа (воздуха) 0,5 МПа, дистанция напыления 200 мм, скорость перемещения плазмотрона вдоль напыляемой поверхности 20 мм/с. Технология плазменного напыления подробно описана в публикациях [1–5].

Объектом исследования являлись порошковые отходы плазменного напыления, скапливающиеся в промышленных циклонах. Анализ химического и примесного составов порошковых отходов, а также металлографические исследования проводили с применением рентгенофлуоресцентного спектрометра ARL ADVANT' X (ThermoScientific, США) и установки Vega 3 SBN (Teskan, Чехия) с приставкой Oxford (США). Количественный фазовый анализ проводили при помощи рентгеновского дифрактометра D8 Advance (Bruker AXS, Германия) в программе TOPAS в Co K α -излучении. Гранулометрический состав порошковых отходов определяли рассеивом порошковых отходов на стандартных ситах.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Металлографическими исследованиями установлено, что отработанный порошок Al₂O₃ после плазменного напыления сильно отличается от исходного (см. рис. 1) и представляет собой набор различающихся по форме и размерам частиц, а также бесформенные конгломераты. Основную часть отходов составляют самостоятельные частицы, большинство из которых имеют круглую форму (рис. 2). Гранулометрический состав порошковых отходов неоднороден, размеры частиц и конгломератов сильно отличаются друг от друга. Для получения количественных данных

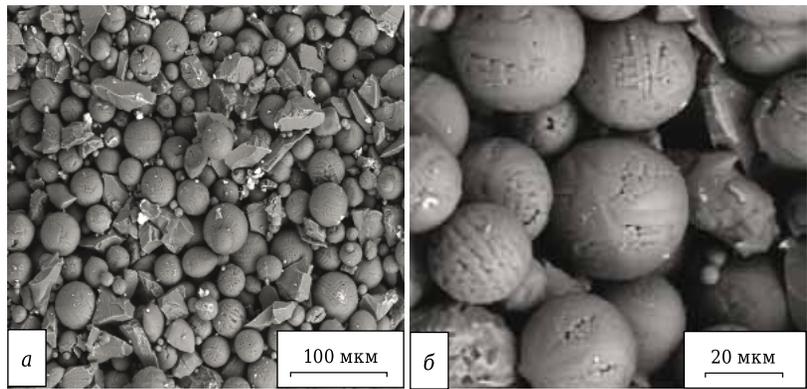


Рис. 2. Отходы порошка Al₂O₃ после плазменного напыления: а — ×500; б — ×2000

о гранулометрическом составе отработанного порошка проводили ситовый анализ. Для сравнения такой же анализ проводили для исходного порошка Al₂O₃. Результаты приведены в таблице.

Как видно из таблицы, основную массу порошковых отходов плазменного напыления (почти 75 %) составляют частицы Al₂O₃ фракции мельче 50 мкм. Эта фракция порошковых отходов была использована в качестве исходного материала для изготовления огнеупорных контейнеров методом плазменного напыления. Однако выяснилось, что полученные изделия не обладают требуемой огнеупорностью и уже при 1250 °С размягчаются и теряют форму.

Для выяснения причин этого явления был проведен анализ химического и фазового составов порошковых отходов. Как показал EDS-анализ, порошковые отходы плазменного напыления кроме алюминия и кислорода содержат также железо (рис. 3). Результаты рентгенофлуоресцентного

Результаты исследования гранулометрического состава исходного порошка Al₂O₃ и порошковых отходов плазменного напыления

Объект исследования	Содержание, мас. %, фракции, мкм			
	<50	50–63	63–100	>100
Исходный порошок	100	–	–	–
Порошковые отходы плазменного напыления	74,8	19,8	4,6	0,8

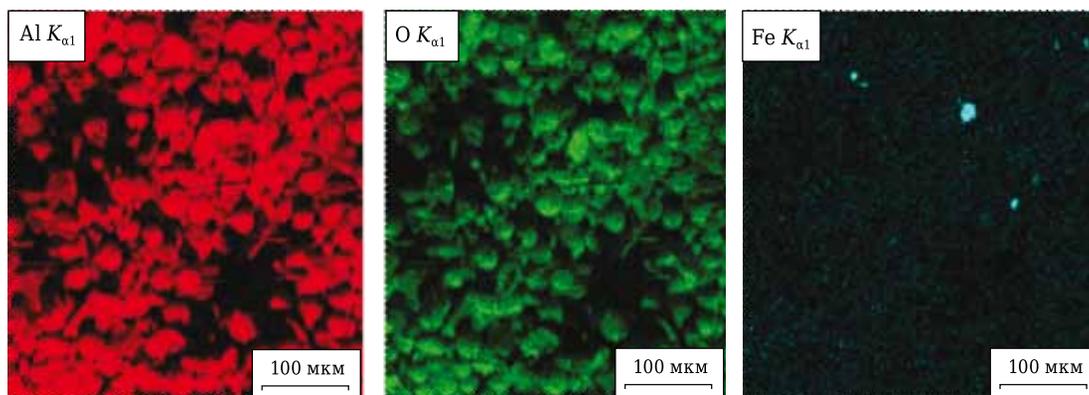


Рис. 3. Отходы порошка Al₂O₃ в характеристическом излучении алюминия, кислорода и железа

анализа показали также присутствие в составе порошковых отходов примесей железа. По данным рентгенофазового анализа, в состав отходов входят α - и γ - Al_2O_3 , а также оксиды железа в виде Fe_3O_4 и Fe_2O_3 (рис. 4).

Присутствие оксидов железа в порошковых отходах плазменного напыления связано, вероятно, с абразивным действием летящих с большой скоростью частиц Al_2O_3 (корунда), которые «сдирают» частицы железа с внутренней поверхности циклона. Поскольку плазмообразующим газом является воздух, то эти частицы железа быстро окисляются. Таким образом, порошковые отходы плазменного напыления представляют собой композицию, состоящую из смеси оксидов алюминия и железа. Использование такой композиции в качестве исходного порошка для изготовления плазменно-напыленных керамических изделий методом плазменного напыления приводит к тому, что при повышен-

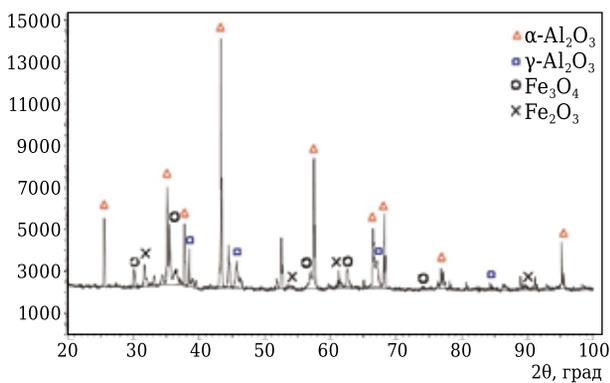


Рис. 4. Дифрактограмма порошковых отходов плазменного напыления



Рис. 5. Равновесная диаграмма состояния системы $\text{FeO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ [9]

ных температурах Al_2O_3 начинает взаимодействовать с оксидом железа. В результате этого взаимодействия образуются легкоплавкие соединения, снижающие огнеупорность конечного изделия [6–8]. Возможность образования таких легкоплавких соединений можно видеть из равновесной диаграммы состояния системы $\text{FeO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ (рис. 5).

Для устранения вредного влияния оксидов железа порошковые отходы плазменного напыления подвергали магнитной сепарации, в результате чего была выделена магнитная фракция рыжевато-коричневого цвета. Количество этой фракции составляло более 1 мас. % от общего количества порошковых отходов, подвергнутых магнитной сепарации. Состав этой фракции по данным количественного рентгенофазового анализа, мас. %: Fe_2O_3 13, Fe_3O_4 87. Видно, что основу магнитной фракции составляет магнетит (Fe_3O_4).

Рентгенограмма просеянных через сито с размером ячейки 50 мкм и подвергнутых магнитной сепарации порошковых отходов Al_2O_3 показана на рис. 6. Видно, что просеянные через сито с размером ячейки 50 мкм и подвергнутые магнитной сепарации порошковые отходы плазменного напыления не содержат оксидов железа. Основную массу полученного таким образом порошкового материала составляет корунд. Этот материал использовали в качестве исходного порошка для изготовления огнеупорных форм-контейнеров методом плазменного напыления. Режимы плазменного напыления и дальнейшая технология изготовления огнеупорных форм-контейнеров оставались неизменными. Испытания показали, что полученные изделия полностью отвечают предъявляемым к ним требованиям.

Таким образом, порошковые отходы плазменного напыления после разделения по фракциям и проведения магнитной сепарации могут быть повторно использованы для изготовления

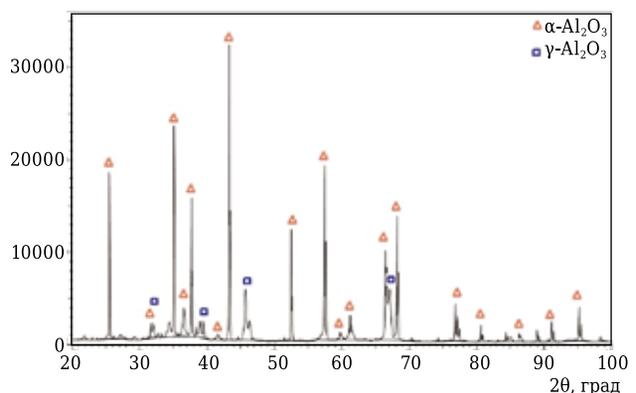


Рис. 6. Дифрактограмма просеянных через сито с размером ячейки 50 мкм и прошедших магнитную сепарацию порошковых отходов плазменного напыления

керамических изделий и покрытий методом плазменного напыления без снижения их качества. Результаты проведенных исследований позволили авторам настоящей статьи разработать ресурсосберегающую технологию изготовления керамических Al_2O_3 -изделий методом плазменного напыления.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Образующиеся при изготовлении плазменно-напыленных изделий порошковые отходы Al_2O_3 имеют неоднородный гранулометрический состав и содержат повышенное количество вредных примесей. Основная масса частиц Al_2O_3 представляет собой корунд, имеет круглую форму и размер менее 50 мкм. В состав порошковых отходов входят также конгломераты спекшихся частиц Al_2O_3 , а также примеси оксидов железа, содержание которых более чем в 3 раза превышает допустимые значения. Это не позволяет

повторно использовать образующиеся порошковые отходы в технологии плазменного напыления.

Установлено, что после разделения по фракциям и проведения магнитной сепарации порошковые отходы Al_2O_3 уже не содержат примесей оксидов железа и могут быть повторно использованы для изготовления керамических изделий и покрытий методом плазменного напыления без снижения их качества. Результаты проведенных исследований позволили разработать ресурсосберегающую технологию изготовления таких изделий и покрытий.

Исследование выполнено в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы» по научному проекту № ФЦПР1185/19 (Соглашение № 075-15-2019-1838).

Библиографический список

1. **Матрёнин, С. В.** Техническая керамика / С. В. Матрёнин, А. И. Слосман. — Томск : Изд-во ТПУ, 2004. — 75 с.
2. **Кудинов, В. В.** Нанесение покрытий напылением. Теория, технология, материалы : уч. для вузов / В. В. Кудинов, Г. В. Бобров. — М. : Машиностроение, 1992. — 432 с.
3. **Фролов, В. Я.** Техника и технологии нанесения покрытий : уч. пособие / В. Я. Фролов, В. С. Клубниккин, Г. К. Петров, Б. А. Юшин. — СПб. : Изд-во Политех. ун-та, 2008. — 387 с.
4. **Хасуи, А.** Наплавка и напыление / А. Хасуи, О. Моригаки. — М. : Машиностроение, 1985. — 239 с.
5. **Кащеев, И. Д.** Свойства и применение огнеупоров : справ. изд. / И. Д. Кащеев. — М. : Теплотехник, 2004. — 352 с.
6. Новая керамика ; под ред. П. П. Будникова. — М. : Стройиздат, 1969. — 309 с.
7. Керамика высокоогнеупорных окислов ; под ред. Д. Н. Полубояринова и Р. Я. Попильского. — М. : Металлургия, 1977. — 304 с.
8. Физико-химические свойства окислов ; под ред. Г. В. Самсонова. — М. : Металлургия, 1978. — 472 с.
9. **Allibert, M.** Slag Atlas / M. Allibert, H. Gaye ; 2nd ed. — Düsseldorf : Verlag Stahleisen, 1995. — 634 p. ■

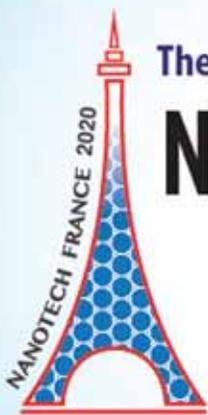
Получено 23.12.19

© А. В. Степнов, И. В. Беляев, В. Е. Баженов,
А. А. Павлов, А. В. Киреев, 2020 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Международная конференция и выставка «Нанотехнологии Франции»

24–26 июня 2020 г. Париж, Франция



The International Nanotech & Nanoscience Conference & Exhibition

NANOTECH FRANCE 2020

24 - 26 June 2020 | Paris, France

Nanotechnology for a better world

www.setcor.org/conferences