

К. т. н. В. П. Тарасовский (✉), А. А. Августов, к. т. н. А. Ю. Омаров,
В. В. Рыбальченко, к. т. н. А. А. Васин, к. т. н. А. В. Смирнов, д. т. н. А. Д. Шляпин

ФГБОУ ВО «Московский политехнический университет»,
Москва, Россия

УДК 620.22-419

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ СВОЙСТВ ПОРОШКОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ РАЗНЫХ МАРОК И КЕРАМИКИ НА ИХ ОСНОВЕ

Изучены порошки оксида алюминия фирмы Almatiss GmbH (Германия) марок CL 370, СТ 1200 SG и СТ 3000 SG для определения возможности получения из них изделий методом горячего литья под давлением. Экспериментально определены параметры технологии изготовления изделий. По выбранной технологии из порошков получены керамические материалы, изучены их свойства. Изделия на их основе переданы заказчикам для проведения промышленных испытаний.

Ключевые слова: оксид алюминия, фракционный состав, алюмооксидная керамика, литейная способность.

Выпускаемые в настоящее время в России промышленные порошки оксида алюминия (ГК, Г-ОО и др.), получаемые по методу Байера [1], содержат в своем составе много щелочных элементов [2]. Напрямую использовать их для изготовления изделий электротехнического назначения без предварительной очистки становится все сложнее, так как требования к свойствам этих изделий возрастают. Используемые в настоящее время способы очистки являются очень энергозатратными [3]. Цель данной работы — оценка возможности применения порошков, выпускаемых в промышленном масштабе фирмой Almatiss GmbH (Германия), для изготовления из них керамических изделий электротехнического назначения сложной конфигурации методом горячего литья под давлением. Физико-технические характеристики порошков оксида алюминия, выбранных для проведения исследований, представлены в табл. 1.

Удельную поверхность и средний размер частиц порошка определяли на приборе ПСХ-10А (табл. 2). Работа прибора основывается на определении газопроницаемости по уравнению Козени и Кармана [5]. Распределение частиц порошков по размерам определяли на лазерном анализаторе частиц марки Analysette 22 фирмы Frith GmbH, Германия (табл. 3).

При промышленной переработке порошка важными являются его реологические свойства

(текучесть, слеживаемость и т. д.). На первом этапе исследования реологические свойства порошков (см. табл. 3) определяли статическим методом по методикам измерения, описанным в работах [6, 7]. При этом диаметр выходного от-

Таблица 1. Физико-технические свойства порошков оксида алюминия по данным фирмы Almatiss GmbH [4]

Параметр	Порошок марки		
	CL 370	СТ 1200 SG	СТ 3000 SG
Удельная поверхность, м ² /г	2,6	2,1	7,5
Размер частиц, мкм:			
D ₅₀	1,8	1,3	0,5
D ₉₀	5,0	3,2	2,0
Химический состав, мас. %:			
Al ₂ O ₃	99,7	99,7	99,8
Na ₂ O	0,10	0,06	0,03
Fe ₂ O ₃	0,03	0,02	0,015
SiO ₂	0,03	0,05	0,015
CaO	0,02	0,04	0,015
MgO	–	0,07	0,040
Плотность, г/см ³ :			
после прессования	2,42	2,38	2,25
при P _{уд} = 90 МПа			
после обжига	3,94	3,92	3,90
Температура обжига, °С	1670	1670	1540
Линейная усадка, %	13,7	15,6	16,8

Таблица 2. Результаты гранулометрического анализа порошков оксида алюминия (получены на приборе ПСХ-10А)

Порошок марки	Удельная поверхность, см ² /г	Средний размер частиц, мкм
CL 370	6274	2,4
СТ 1200 SG	5714	2,6
СТ 3000 SG	7338	2,0



В. П. Тарасовский
E-mail: ceramics2013@mail.ru

Таблица 3. Результаты гранулометрического анализа порошков оксида алюминия (получены на лазерном анализаторе частиц Analysette 22)

Параметр	Порошок марки		
	CL 370	СТ 1200 SG	СТ 3000 SG
Удельная поверхность, см ³ /см ²	78720	52212	144916
Размер частиц, мкм:			
<i>D</i> ₁₀	0,2	0,8	0,2
<i>D</i> ₅₀	2,5	1,8	0,6
<i>D</i> ₉₀	9,3	2,7	1,9
Средний размер частиц, мкм	3,8	1,7	0,8

верстия воронки составлял 5 мм, а количество порошка, используемого для проведения одного измерения, составляло 10 см³. Для получения «плотнейшей» упаковки выбранных для исследования порошков необходимо высокоэнергетическое воздействие на них.

Измерить текучесть и угол естественного откоса порошка статическим методом невозможно, так как порошок зависал в воронке. В связи с этим на втором этапе исследований реологические свойства порошков определяли динамическим методом на приборе REVOLUTION фирмы Mercury Scientific Inc. (США). Принцип действия этого прибора заключается в скоростной съемке и оценке поведения порошка во время вращения барабана с заданной частотой. Во время вращения барабана цифровая камера позволяет производить съемку изображения порошка. В процессе вращения барабан поднимает массу порошка на определенный угол. В некоторый момент времени происходит «сход лавины» (части порошка) под действием собственного веса. Объем лавины, угол, под которым она падает, ее потенциальная энергия и другие геометрические и энергетические параметры связаны с реологическими свойствами порошка (табл. 5).

Максимальную энергию (11,5 мДж) перед сходом лавины имеет порошок марки СТ 1200 SG. Эта характеристика показывает, какую необходимо приложить силу (энергию) для преодоления внутренних сил трения и придания порошку подвижности. Для порошков марок CL 370 и СТ 3000 SG данное значение гораздо ниже и колеблется в интервале от 7,4 до 8 мДж. Максимальный угол перед сходом лавины (70 град)

Таблица 4. Реологические свойства порошков (статический метод определения)

Порошок марки	Насыпная плотность порошка, г/см ³	
	при свободной засыпке	после воздействия виброколебаний*
CL 370	0,70	1,39
СТ 1200 SG	1,04	1,72
СТ 3000 SG	1,00	1,36

* Амплитуда 0,5 мм, частота 50 Гц, продолжительность 60 с.

Таблица 5. Реологические свойства порошков (динамический метод определения)

Параметр	Порошок марки		
	CL 370	СТ 1200 SG	СТ 3000 SG
Максимальная энергия порошка перед сходом лавины, мДж	8,0	11,5	7,4
Максимальный угол перед сходом лавины, град	61,0	69,8	62,8
Угол порошка после схода лавины, град	42,2	50,6	43,2
Динамическая плотность порошка, г/см ³	1,02	1,14	1,02

также характерен для порошка марки СТ 1200 SG. Для порошков марок CL 370 и СТ 3000 SG данное значение составляет от 62 до 63 град. Таким образом, для переработки порошка марки СТ 1200 SG необходимо затратить больше энергии, чем при переработке порошков CL 370 и СТ 3000 SG.

Микроструктуру порошков исследовали на растровом электронном микроскопе Versa 3D LowVac фирмы FEI, США (рис. 1). Порошок марки CL 370 состоит из больших кусков неправильной формы с гладкой поверхностью, где средний размер одной группы частиц составляет 4 мкм, и большого количества мелких частиц со средним размером 0,4 мкм. Порошок марки СТ 1200 SG состоит из частиц неправильной формы с относительно сглаженной поверхностью, средний размер частиц составляет 1,2 мкм. Порошок марки СТ 3000 SG представляет собой рыхлые агломераты, сложенные отдельными частицами сложной формы со средним размером 500 нм.

Образцы для проведения исследований свойств керамики из порошков оксида алюминия (диски диаметром 20 и высотой 5 мм, ба-

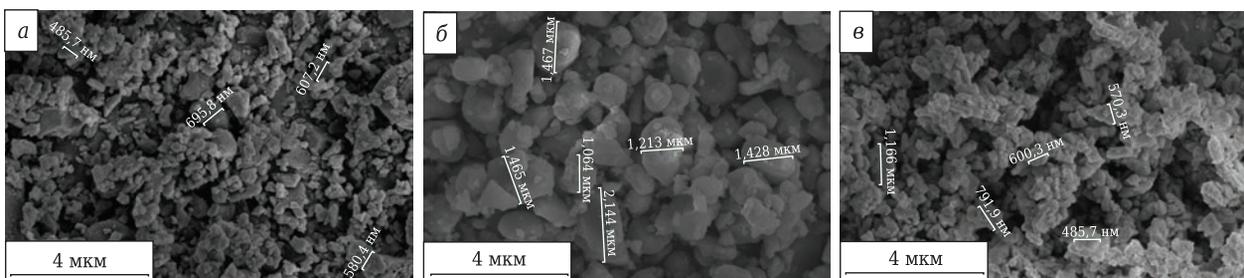


Рис. 1. Микроструктура порошков оксида алюминия марок CL 370 (а), СТ 1200 SG (б) и СТ 3000 SG (в)

лочки размерами 5×5×45 мм) готовили методом горячего литья под давлением. Для изготовления шликера в качестве временного технологического связующего (ВТС) использовали термopластичную связку марки ТПС-22, разработанную в Центре коллективного пользования «Научно-технологии в машиностроении» (ЦКП НТМ). Перед приготoвлением шликера порошки сушили до постоянства массы в сушильном шкафу (SNOL 24/200) при 110–120 °С с предельно допустимым отклонением ±5 °С в течение 2 ч. Порошок смешивали со связующим в стакане из нержавеющей стали на водяной бане при температуре воды 90 °С, равномерно пере-

мешивая до образования жидкотекучей смеси. Вязкость шликера определяли ротационным вискозиметром Fungilab Premium фирмы Fungilab (Испания). Литейную способность определяли с помощью прибора ПЛС-1 [7]. Полученные результаты представлены в табл. 6.

Отработку параметров технологического процесса (табл. 7) и изготовления образцов проводили на установке горячего шликерного литья марки УГШЛ (ЗАО «Экон», Россия). Удаление ВТС из полуфабрикатов образцов проводили на воздухе в муфельной печи СНОЛ-3,5 (Россия). Перед удалением ВТС образцы помещали в капсулу из корундовой керамики и засыпали порошком глинозема марки Г 00, капсулу закрывали крышкой. Режим удаления ВТС: скорость нагрева до 300 °С — 20 град/ч, выдержка 4 ч; скорость нагрева до 1200 °С — 50 град/ч, выдержка 2 ч; охлаждение капсулы с печью до 100 °С. В табл. 8 представлены физико-технические свойства образцов после удаления ВТС.

Образцы обжигали в электропечи сопротивления ТК.15-1750.1Ф (ЗАО «Термокерамика», Россия) при 1600 °С (скорость подъема температуры 200 °С/ч, время изотермической выдержки при максимальной температуре 2 ч). Охлажденные образцы осуществляли вместе с печью до 100 °С. Свойства образцов представлены в табл. 9, микроструктура показана на рис. 2.

Образцы из порошка марки СТ 1200 SG имеют минимальную открытую пористость и максимальный предел прочности при сжатии. Электросопротивление образцов, измеренное на приборе марки Insulation tester 1507 фирмы Fluke (Китай), составляло больше 10¹¹ Ом·м. Образцы керамики из порошка марки СТ 1200 SG характеризуются плотной спекшейся структурой. Похожую структуру имеют и образцы керамики из порошка марки CL 370. В структуре керамики из порошка марки СТ 3000 SG видно присутствие внутрикристаллических пор. Мож-

Таблица 6. Физико-технические свойства шликера из порошков оксида алюминия

Порошок марки	Содержание ВТС шликера, мас. %	Вязкость шликера при 75 °С, мПа·с	Литейная способность шликера (T = 75 °С, P = 2,2 атм), мм
CL 370	10	41256	95
СТ 1200 SG	12	48989	90
СТ 3000 SG	14	49021	89

Таблица 7. Технические параметры шликера для изготовления изделий из порошков оксида алюминия

Параметр	Порошок марки		
	CL 370	СТ 1200 SG	СТ 3000 SG
Рабочая температура шликера, °С	74–76	84–86	84–86
Температура литника, °С	74–76	84–86	84–86
Максимальное давление при формовании, атм	2,2	3,1	2,9

Таблица 8. Физико-технические свойства образцов керамики после удаления ВТС

Образец из порошка марки	Открытая пористость, %	Кажущаяся плотность, г/см ³
CL 370	45,2	2,11
СТ 1200 SG	36,5	2,45
СТ 3000 SG	42,2	2,30

Таблица 9. Физико-технические свойства образцов керамики

Образец из порошка марки	Общая усадка, %	Пористость, %		Кажущаяся плотность, г/см ³	Предел прочности при сжатии, МПа	Электрическое сопротивление, Ом·м
		открытая	общая			
CL 370	10,58	8,37	10,53	3,53	950±25	>10 ¹¹
СТ 1200 SG	12,73	2,48	3,92	3,83	1030±25	>10 ¹¹
СТ 3000 SG	12,46	2,93	6,54	3,72	1020±25	>10 ¹¹

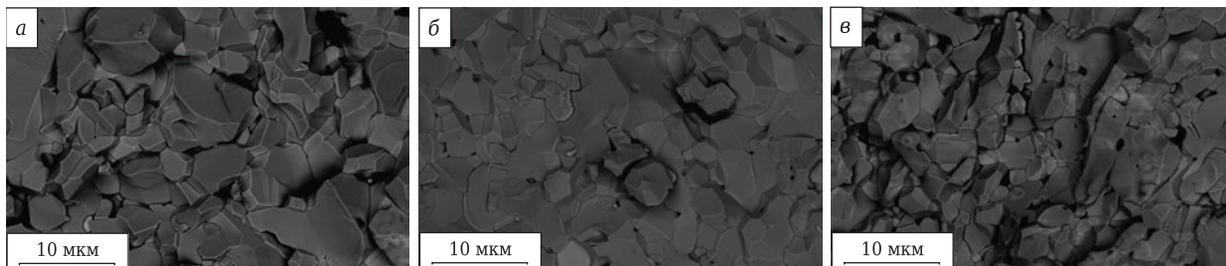


Рис. 2. Микроструктура (со скола) керамики из порошков марок CL 370 (а), СТ 1200 SG (б) и СТ 3000 SG (в)

но предположить, что режим обжига, который был использован для получения образцов, не является для этого типа керамики оптимальным.

Из исследованных порошков были изготовлены разные изделия (рис. 3) и переданы заказчиком для проведения промышленных испытаний.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы порошки оксида алюминия марок CL 370, СТ 1200 SG и СТ 3000 SG, которые при сравнительно одинаковом гранулометрическом составе имеют различные реологические свойства. Определены свойства шликера из порошков данных марок и технологические параметры формования изделий методом горячего литья под давлением. Установлено, что все исследованные порошки можно использовать для изготовления изделий сложной формы электротехнического назначения. Изделия для проведения промышленных испытаний переданы заказчиком.

Библиографический список

1. Мальц, Н. С. Новое в производстве глинозема по схемам Байер-спекания / Н. С. Мальц. — М. : Металлургия, 1989. — 176 с.
2. ГОСТ 30559–98. Глинозем неметаллургический. Технические условия.
3. Кайнарский, И. С. Корундовые огнеупоры и керамика / И. С. Кайнарский, Э. В. Дегтярева, И. Г. Орлова. — М. : Металлургия, 1981. — 167 с.
4. Продукция фирмы Almatiss GmbH, Германия. <http://www.almatis.com/>.



Рис. 3. Образцы изделий из порошков оксида алюминия

Работа проведена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках Государственного задания № 11.5987.2017/ ВУ на выполнение работы «Организация проведения научных исследований» (Номер для публикаций: 11.5987.2017/6.7) с использованием оборудования ЦКП «Научно-технологии в машиностроении» Московского политехнического университета.

5. Плачев, Т. Г. Порометрия / Т. Г. Плачев, С. Д. Колосенцев. — Л. : Химия, 1988. — 175 с.
6. ГОСТ 27801–93 (ИСО 903–76). Глинозем. Метод определения насыпной плотности.
7. ГОСТ 25279–93 (ИСО 3953–85). Порошки металлические. Определение плотности после утряски. ■

Получено 02.11.18

© В. П. Тарасовский, А. А. Августов, А. Ю. Омаров, В. В. Рыбальченко, А. А. Васин, А. В. Смирнов, А. Д. Шляпин, 2019 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



THERM
PROCESS

Thermoprocess 2019 — международная выставка и симпозиум по оборудованию и технологиям термической обработки

25–29 июня 2019 г. Messe Düsseldorf, г. Дюссельдорф, Германия

Тематика

- термическая обработка (обжиг, кальцинация, прокаливание, спекание, агломерация)
- плавка, литье (обработка в жидкой фазе)
- нагрев, термическая и поверхностная обработка
- покрытие, присоединение, соединение
- технологии термической переработки и обезвреживания отходов
- термические процессы под защитным и реакционным газом
- выработка тепла
- термическое оборудование для регенерации ценных веществ и термическое дожигание

www.thermoprocess.de