

К. т. н. Ю. К. Непочатов¹ (✉), д. т. н. П. М. Плетнёв², к. т. н. Д. С. Тюлькин¹

¹ АО «НЭВЗ-Керамикс», г. Новосибирск, Россия

² ФГБОУ ВО «Сибирский государственный университет путей сообщения», г. Новосибирск, Россия

³ ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный аграрный университет», г. Новосибирск, Россия

УДК 666.3:546.62-31'171]:621.74.04-465

ИЗГОТОВЛЕНИЕ КОРУНДОВЫХ ЛОДОЧЕК И ТИГЛЕЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ ПЛАВКИ МЕТАЛЛОВ И АНАЛИЗА МАТЕРИАЛОВ, МЕТОДОМ ЛИТЬЯ

Представлены технологические особенности изготовления корундовых лодочек и тиглей, используемых для плавки металлов и анализа материалов, методом литья водного шликера в гипсовую форму. Показано, что для получения высокоплотной корундовой керамики этим методом необходимо использование водных шликеров с максимальным содержанием глинозема до 80 мас. %. На плотность спеченных изделий существенно влияет исходный размер частиц глинозема в водной суспензии. Для увеличения устойчивости водной суспензии и снижения ее вязкости необходимо использовать диспергирующую добавку. По разработанной технологии получены корундовые высокоплотные и прочные изделия в виде лодочек и тиглей разных конфигурации и габаритов.

Ключевые слова: водный шликер, литье, гипсовая форма, глинозем, корундовая высокоплотная керамика.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время на рынке возросла потребность в высокотемпературных высокоплотных керамических лодочках и тиглях для плавки металлов и анализа порошков при научных исследованиях и разработке новых материалов [1, 2]. Основные требования, предъявляемые к лодочкам и тиглям специального назначения: высокая огнеупорность, химическая инертность и максимальная плотность обожженного керамического материала. Таким требованиям может удовлетворять корундовая керамика с содержанием Al_2O_3 более 99 %. С учетом разнообразия, сложности формы и габаритов востребованных изделий (лодочки и тигли) наиболее рациональной технологией их изготовления является литье водного шликера в гипсовую форму.

Метод литья водного шликера в гипсовую форму широко используется для изготовления разных видов керамических изделий: художественной и бытовой керамики, санитарно-технической продукции [3]. Основные преимущества этой технологии: сравнительно небольшая

стоимость оснастки и оборудования; возможность изготовления изделий разных конфигурации и габаритов; упрощение режимов сушки сырых заготовок по сравнению с горячим литьем из термопластичного шликера [3–7]. Технология предусматривает изготовление гипсовой формы, которая задает внешние габариты будущего изделия. Форма заполняется водной суспензией керамического порошка. Под действием капиллярных сил вода впитывается гипсовой пористой структурой и на поверхности формы происходит образование сырого слоя из керамического порошка, толщина которого увеличивается по мере поглощения воды. Образовавшийся сырой слой содержит некоторое количество воды и первоначально не обладает необходимой прочностью. В процессе естественной сушки происходит удаление излишков воды, заготовка набирает прочность и может быть извлечена из формы для дальнейшей сушки и последующих операций.

Основная сложность применения метода литья в гипсовую форму при формообразовании изделий из технической керамики с высокой плотностью состоит в том, что эта технология была разработана для керамических изделий алюмосиликатного состава. Основным сырьем при составлении шихт в этом случае являются глинистые материалы, которые хорошо затворяются водой. Для получения высокотемпературных керамических изделий необходимо использовать тугоплавкие оксиды с высокой температурой плавления и ис-



Ю. К. Непочатов
E-mail: nuk3d@mail.ru

парения, например оксид алюминия (глинозем). Исходный глинозем не затворяется водой и при смешении с ней образуется суспензия из порошка и воды. Такая взвесь имеет высокую склонность к расслаиванию со временем, требует специальной подготовки суспензии и подбора режимов литья.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для изготовления гипсовых форм (рис. 1) был использован гипс тонкого помола марки Г-10 (ГОСТ 125–2018. Вяжущие гипсовые) со сроком схватывания, установленным для нормально твердеющего гипса. Гипс марки Г-10 представляет собой чистый материал из полуводного сульфата кальция $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ β -модификации. При затворении водой полуводный сульфат кальция за счет реакции гидратации превращается в двухводный и выпадает в осадок, образуя твердое тело из сросшихся крупных кристаллов продукта реакции и порового пространства, заполненного водой.

Для получения гипсовой формы с необходимой пористостью необходимо было определить оптимальное водогипсовое соотношение (гипс : вода) для образования пластичного гипсового теста. Это соотношение экспериментально было оценено по результатам конечного показателя (кажущаяся плотность) спеченной керамики. Соотношение вода : гипс варьировалось от 0,65 до 0,35 (мас. %). Результаты эксперимента показаны на рис. 2, из которого следует, что заметного влияния на конечную плотность корундовых изделий пористость гипсовой формы не оказывает. С учетом зависимости прочности гипсового камня, вязкости теста и долговечности форм от соотношения вода : гипс опытным путем для данного вида гипса установлено, что это соотношение должно составлять 0,4–0,5.

В качестве исходного сырья для получения корундовых лодочек и тиглей был использован модифицированный глинозем разной дисперсности фирмы Almatris марок СТ 800 FG, СТ 1200 SG и СТ 3000 SG. Сравнительные характеристики глиноземов приведены в табл. 1.

Предварительно установлено, что наилучшие результаты по плотности керамики получаются с использованием глинозема марки СТ 3000 SG, поэтому дальнейшие исследования были проведены с его применением. Водную суспензию (шликер) готовили смешением воды и порошка в барабане на валках с соотношением шары : глинозем = 1 : 1 в течение 24 ч, а без шаров (для удаления воздушных пузырьков) в



Рис. 1. Гипсовые формы и отлитые заготовки лодочек

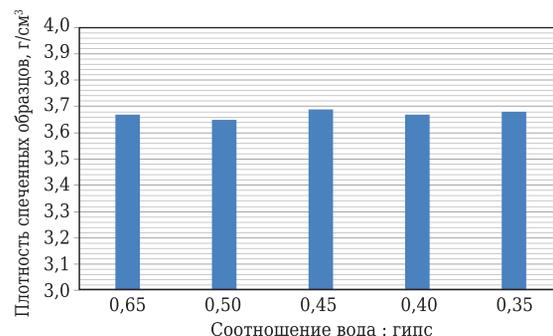


Рис. 2. Зависимость плотности спеченных корундовых образцов от соотношения вода : гипс при формовании образцов

течение 3 ч. Длительность набора сырого изделия в гипсовой форме составляла 10 мин. Сушка сырых заготовок вначале происходила в самой форме в течение 12 ч, а затем после извлечения из нее в естественных условиях в течение 48 ч. Обжиг изделий проводили на воздухе при 1650–1680 °С с выдержкой 2 ч.

Для оценки влияния количества глинозема в водной суспензии на плотность корундовых изделий были приготовлены водные суспензии с содержанием твердого вещества от 50 до 80 мас. %. Увеличение насыщенности суспензии глиноземом положительно влияет на конечную плотность изделий (рис. 3).

Однако при увеличении содержания твердой фазы повышается вязкость суспензии, что может способствовать появлению дефектов при формовании изделий сложной формы. Для устранения этого фактора необходимо применение диспергирующих добавок, которые служат для разделения агломерированных частиц в су-

Таблица 1. Характеристики глиноземов фирмы Almatris [8]

Марка глинозема	Массовая доля примеси, мас. %, не более					Размер частиц, мкм	
	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	D ₅₀	D ₉₀
СТ 3000 SG	0,03	0,02	0,08	0,07	0,02	0,5	2,0
СТ 1200 SG	0,05	0,02	0,06	0,07	0,04	1,3	3,2
СТ 800 FG	0,03	0,04	0,15	–	0,06	3,0	–

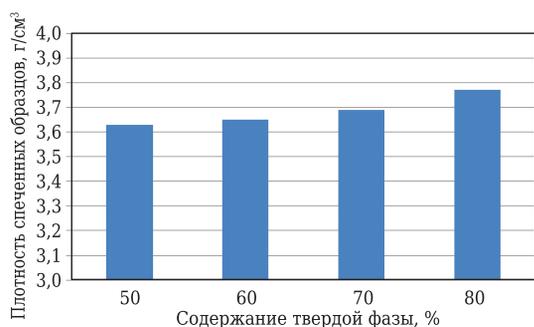


Рис. 3. Зависимость плотности спеченных образцов от содержания глинозема в водной суспензии

спензии путем регулирования межчастичных сил, влияющих на коллоидную стабильность системы. Диспергирующие добавки снижают поверхностное натяжение воды, облегчая тем самым ее проникновение в пространство между керамическими частицами [9].

Наиболее востребованы диспергирующие добавки Darval C, Duramax D3005, Dolapix CE 64 (Германия). В настоящей работе была использована диспергирующая добавка марки Dolapix CE 64.

Влияние размера частиц глинозема на плотность спеченных образцов

На рис. 4 показана зависимость плотности корундовых изделий, изготовленных методом литья в гипсовую форму при одинаковых режимах литья, сушки и обжига, от размеров частиц глинозема и их фракционного соотношения.

Для приготовления водной суспензии с разным размером частиц твердой фазы были использованы глиноземы марок СТ 800 FG, СТ 1200 SG и СТ 3000 SG, а для их фракционного соотношения крупных и мелких частиц была

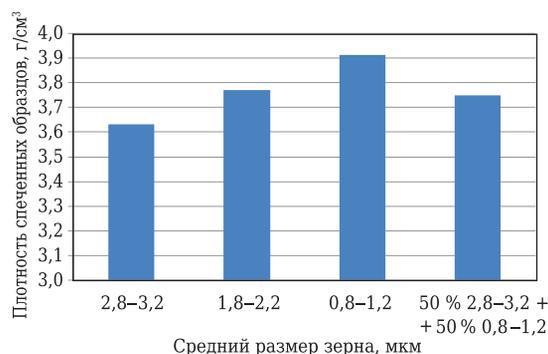


Рис. 4. Зависимость плотности спеченных образцов от размеров частиц глинозема

приготовлена смесь этих марок глиноземов при массовом соотношении 50 : 50.

Исходный размер частиц глинозема существенно влияет на плотность спеченных образцов: с уменьшением размеров частиц плотность изделий заметно возрастает. С применением порошка глинозема с размерами частиц 0,8–1,2 мкм были получены изделия с высокой кажущейся плотностью (3,92 г/см³) при теоретической плотности 3,96 г/см³. Использование фракционного соотношения частиц порошка не дало положительных результатов.

Спеченные изделия, полученные на основе мелкозернистого глинозема, имели нулевое водопоглощение и, по визуальной оценке, в растворе капиллярного красителя не окрашивались, сохраняя белый цвет. Это указывало на то, что обожженный керамический материал достиг вакуум-плотного состояния. Физико-технические характеристики и микроструктура полученного керамического материала с применением разных марок глинозема приведены в табл. 2 и показаны на рис. 5.

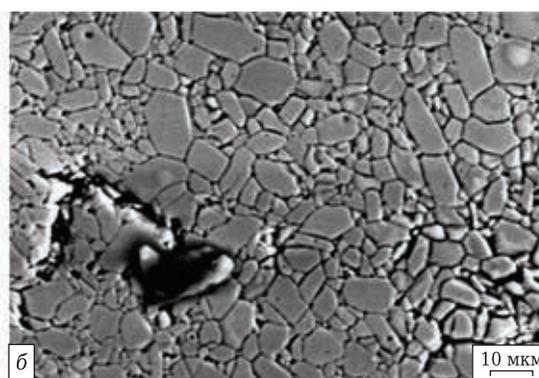
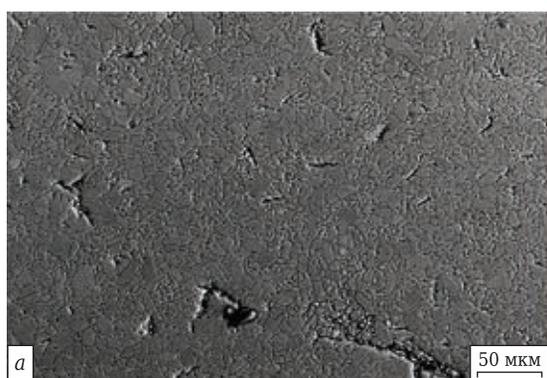


Рис. 5. Микроструктура корундовых образцов (глинозем марки СТ 3000 SG), полученных методом литья в гипсовую форму: а — 300; б — 1000

Таблица 2. Физико-технические характеристики корундовых образцов, полученных методом литья в гипсовую форму

Марка глинозема	Кажущаяся плотность, г/см³	Водопоглощение, %	Пористость, %	Микротвердость, ГПа	Модуль упругости, ГПа
СТ 800 FG	3,90	0,02	0,4	15,90	405
СТ 1200 SG	3,92	0,02	0,3	16,10	408
СТ 3000 SG	3,93	0,01	0,2	16,94	425

Микроструктура корундовых образцов сложена из плотноупакованных зерен корунда. Зерна размерами от 3 до 10 мкм имеют в основном неправильную форму. Распределение зерен разного размера хаотично. Имеются области с небольшим размером зерен, между которыми наблюдаются крупные зерна корунда призматической формы. Изготовленные корундовые высокоплотные изделия в виде тиглей и лодочек, полученные методом литья в гипсовую форму, показаны на рис. 6.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для получения высокоплотной корундовой керамики методом литья в гипсовую форму необходимо использование водных шликеров с максимальным содержанием глинозема — до 80 мас. %. Для обеспечения устойчивости системы и снижения ее вязкости следует применять диспергирующую добавку марки Dolapix CE 64. На плотность спеченных изделий существенно влияет исходный размер частиц глинозема в водной суспензии. Глинозем марки СТ 3000 SG с размерами частиц 0,8–1,2 мкм обеспечивает обожженным изделиям вакуум-плотное состоя-

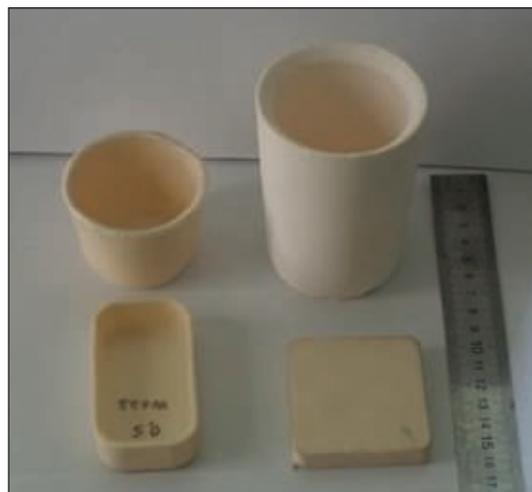


Рис. 6. Корундовые тигли и лодочки, полученные методом литья в гипсовую форму

ние. По разработанной технологии — методом литья водного шликера на основе глинозема с содержанием Al_2O_3 более 99,5 % в гипсовую форму были получены высокоплотные ($3,90\text{--}3,92\text{ г/см}^3$) прочные изделия в виде лодочек и тиглей разной формы и габаритов.

Библиографический список

1. Электронный ресурс : technologiya.ru АО «ОНПП «Технология» имени А. Г. Ромашина». Каталог продукции. Тигли для термического анализа, 2022.
2. Электронный ресурс : metallolome.ru >vakuumnaya-indukcionnaya-plavka-v...Вакуумная индукционная плавка в металлургии, 2022.
3. Добровольский, А. Г. Шликерное литье / А. Г. Добровольский. — М. : Металлургия, 1977. — 240 с.
4. Тонкая техническая керамика ; под ред. Х. Янагида. — М. : Металлургия, 1986. — 276 с.
5. Гаршин, А. П. Материаловедение. Техническая керамика в машиностроении ; 2-е изд., испр. и доп. / А. П. Гаршин. — М. : Юрайт, 2020. — 296 с.
6. Пат. 2191688 Российская Федерация. Устройство для формования керамических изделий из водных шликеров / Суздальцев Е. И. — заявл. 31.05.2000 ; опубл. 27.03.2002, Бюл. № 9.

7. Пат. 2248271 Российская Федерация. Устройство для формования сложнопрофильных керамических изделий из водных шликеров / Суздальцев Е. И., Харитонов Д. В. и др. ; заявл. 14.07.03 ; опубл. 20.03.05, Бюл. № 8.

8. Плетнев, П. М. Корундовая бронекерамика с радиопоглощающим покрытием : монография / П. М. Плетнев, Ю. К. Непочатов, А. А. Богаев, Е. В. Маликова. — Новосибирск : Изд-во СГУПС, 2018. — 148 с.

9. Пат. 1663916 Российская Федерация. Диспергатор керамического шликера для корундовой керамики / Бочаров В. В., Лисогорский М. В., Лисогор Н. А., Харченко А. В., Горошков О. В., Воронин Ю. Л. ; заявл. 01.03.88 ; опубл. 23.10.92, Бюл. № 39. ■

Получено 10.02.22

© Ю. К. Непочатов, П. М. Плетнёв,
Д. С. Тюлькин, 2022 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



Metal + Metallurgy China (M+M China) 2022 — международная выставка металлургического, литейного и металлообрабатывающего оборудования

METAL + METALLURGY CHINA

18–21 мая 2022 г.
Китай, Шанхай, Shanghai New International Expo Centre (SNIEC)

www.mm-china.com/en/