

СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ МУЛЛИТОКОРДИЕРИТОВОЙ КЕРАМИКИ  
В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕРМООБРАБОТКИ

Огнеупорным и термостойким материалам, получаемым на основе тройной системы  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ , в настоящее время уделяется большое внимание, что объясняется повышенными термомеханическими свойствами кордиеритовой и муллитокордиеритовой керамики.

Особый интерес представляют работы по выяснению закономерностей образования кордиерита и формирования фазового состава кордиеритовой керамики [1-4]. В данной статье приведены результаты исследования свойств и фазового состава муллитокордиеритовой керамики в зависимости от температуры термообработки.

Для исследований был выбран кордиеритовомуллитокорундовый материал, химический состав которого соответствует точке в поле кристаллизации корунда на диаграмме состояния системы  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ .

В качестве сырьевых материалов использовались глина веселовская ВГО-2 (остаток на сите 05 до 2%), тальк онотский (009 до 2%), технический глинозем (004 до 3%) и электрокорунд (шлифзерно 12-Н). Образцы в форме плиток размером 50×50×10 мм изготавливались методом полусухого прессования. Обжиг образцов осуществляли в электрической печи с силитовыми нагревателями при 900–1400 °С. Выдержка при максимальной температуре 1 ч. Изучались водопоглощение, ТКЛР и фазовый состав образцов, обожженных при различных температурах.

Средние значения водопоглощения и ТКЛР опытных образцов приведены в табл. 1 и на рис. 1.

Как следует из результатов определения водопоглощения, по мере повышения температуры до 1350 °С идет сравнительно равномерный процесс спекания материала. Так как в составе исходной шихты присутствуют щелочные окислы и окислы железа, вводимые с глиной и тальком, в данном случае будет иметь место сложный процесс спекания с участием как жидкой, так и твердой фазы. С увеличением температуры термообработки количество жидкой фазы в материале возрастает. Интенсифицируются диффузионные процессы переноса вещества, происходит затягивание пор и уплотнение материала, за счет чего уменьшается водопоглощение образцов.

Зависимость ТКЛР материала от температуры обжига носит более сложный характер. До 1200 °С наблюдается почти линейное уменьшение ТКЛР, которое можно объяснить незначительным изменением фазового состава материала и подготовкой его к выделению основных кристаллических фаз. При температуре 1200 °С наблюдается резкое уменьшение значений ТКЛР, что обусловлено радикальным изменением фазового состава материала, главным образом образованием кордиерита. Некоторое повышение ТКЛР в интервале 1350–1400 °С объясняется инконгруэнтным разложением кордиерита на муллит и расплав. Это подтверждается данными рентгенофазового анализа.

Таблица 1

## Водопоглощение и ТКЛР опытных образцов

Свойства	Температура термообработки, °С										
	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350	1400
Водопоглощение, %	20,2	17,9	19,3	19,1	18,2	17,4	17,6	16,9	16,2	15,7	9,4
ТКЛР, $\alpha \times 10^7 \text{ град}^{-1}$	46,0	44,5	43,5	42,9	43,2	39,9	39,7	29,8	28,4	26,5	31,1

Таблица 2

## Зависимость интенсивности дифракционных максимумов основных кристаллических фаз от температуры термообработки

Кристаллические фазы	Температура термообработки, °С										
	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1300	1350	1400	
Муллит	—	—	—	—	—	1,4	3,0	4,0	4,5	6,5	
Кордиерит	—	—	—	1,8	2,4	3,1	4,6	5,8	6,9	5,0	
Кварц	10,8	10,2	10,5	10,9	6,5	4,0	2,3	1,0	0,3	2	
Корунд	7,5	7,5	7,3	8,0	8,1	8,2	9,1	9,6	10,2	10,6	

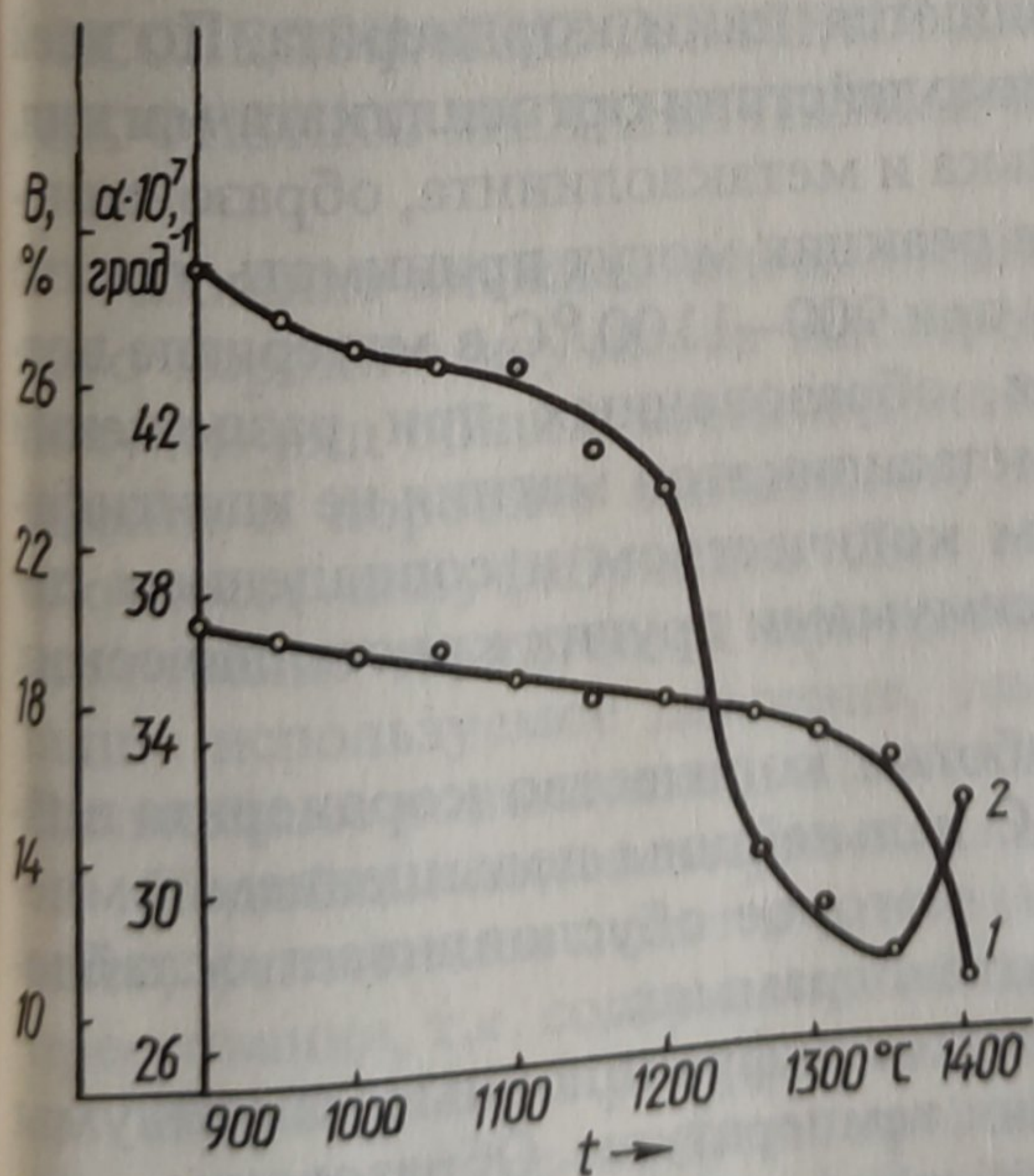


Рис. 1. Водопоглощение (1) и ТКЛР (2) образцов после термообработки при различных температурах.

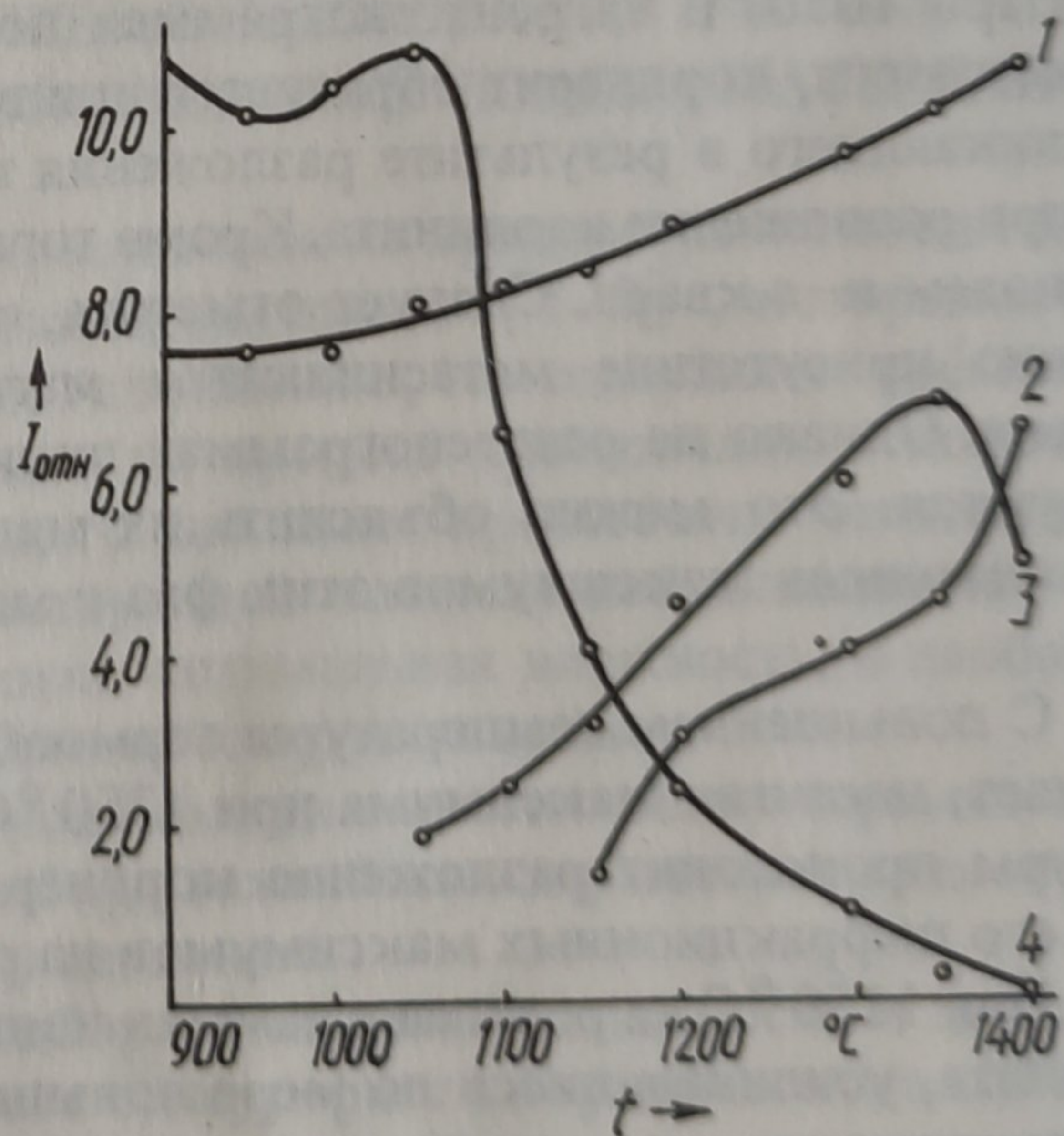


Рис. 2. Зависимость интенсивности дифракционных максимумов кристаллических фаз образцов от температуры термообработки:

1 — корунд; 2 — муллит; 3 — кордиерит; 4 — кварц.

При рентгеновских исследованиях обожженных образцов установлено, что их фазовый состав зависит от температуры термообработки.

Интенсивность выделения кристаллических фаз определялась по относительной интенсивности основных дифракционных максимумов: муллит ( $d = 2,206$ ), кордиерит ( $d = 3,03$ ), кварц ( $d = 3,34$ ) и корунд ( $d = 1,603$ ). Результаты исследований приведены в табл. 2 и на рис. 2.

При температуре  $900^\circ\text{C}$  в материале присутствуют  $\alpha$ -кварц и корунд, поскольку первый имеется в глине в свободном состоянии и частично образуется за счет разложения талька. Наличие корунда объясняется введением в состав исходной шихты электрокорунда и глинозема.

При повышении температуры обжига наблюдается некоторое уменьшение количества  $\alpha$ -кварца, что может быть объяснено его взаимодействием с жидкой фазой с образованием расплава. В интервале  $950\text{--}1050^\circ\text{C}$  количество кварца в образцах повышается за счет дальнейшего разложения глинистых минералов.

При температурах выше  $1050^\circ\text{C}$  наблюдается резкое уменьшение количества  $\alpha$ -кварца в материале, а при  $1400^\circ\text{C}$  наличие его пиков на рентгенограммах не фиксируется. Это связано с тем, что  $\alpha$ -кварц, не содержащийся в материале, частично расходуется на образование жидкой фазы, а главным образом на формирование основных кристаллических фаз — муллита и кордиерита.

Характерный пик корунда с увеличением температуры усиливается, что показывает увеличение количества  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  в материале. Технический глинозем содержит окись алюминия, главным образом в виде  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . При повышении температуры имеет место процесс перехода  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , который идет до температуры  $1400^\circ\text{C}$  и выше.

При  $1050^\circ\text{C}$  на рентгенограммах появляются пики кордиерита. По всей вероятности, кордиерит образуется при взаимодействии ортосиликата магния, возникающего в результате разложения талька и метакаолинита, образованного при разложении каолинита. Кроме того, в реакции могут принимать участие глинозем и  $\alpha$ -кварц. Следует отметить, что при  $900\text{--}1100^\circ\text{C}$  в материале возможно присутствие метасиликатов магния, образованных при разложении талька. Однако на рентгенограммах пики метасиликатов магния не идентифицируются. Это можно объяснить их малым количеством и совпадением дифракционных максимумов этих фаз с максимумами других кристаллических фаз.

С повышением температуры термообработки количество кордиерита возрастает, достигая максимума при  $1350^\circ\text{C}$ . С дальнейшим повышением температуры происходит разложение кордиерита, которое обуславливает ослабление его дифракционных максимумов на рентгенограммах.

При  $1150^\circ\text{C}$  на рентгенограммах появляются дифракционные максимумы муллита, усиливающиеся по мере повышения температуры. Образование муллита, очевидно, происходит путем взаимодействия метакаолинита, глинозема и кварца. При температуре выше  $1350^\circ\text{C}$  наблюдается повышение количества муллита в материале за счет инконгруэнтного плавления кордиерита. Принимая во внимание результаты рентгенофазового анализа, легко объяснить зависимость ТКЛР материала от температуры обжига.

Таким образом, на основании результатов проведенных исследований можно сделать вывод о том, что образование основных кристаллических фаз

происходит при температуре выше 1050–1150 °С через ряд простых бинарных соединений. Наиболее вероятно образование кордиерита по реакции с участием метасиликата магния, метакаолинита, глинозема и кварца, а муллита — с метакаолинитом, глиноземом и кварцем.

Оптимальной температурой обжига для кордиеритомуллитокорундовой керамики, получаемой на основе указанных выше сырьевых материалов, следует считать температуру 1300–1350 °С.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Павлов В.Ф., Алексеева Л.Л., Митрохин В.С. Исследование процесса образования кордиерита из низкотемпературных масс при скоростном обжиге. — Стекло и керамика, 1976, № 9, с. 21–23.
2. Павлов В.Ф., Немченко З.О., Митрохин В.С. Синтез кордиерита из низкотемпературных масс на основе магнийсодержащих материалов. — Стекло и керамика, 1978, № 1, с. 21–24.
3. О роли жидкой фазы при синтезе кордиерита/Л.Л. Алексеева, О.М. Бедрик, О.С. Грум-Гржимайло, В.Ф. Павлов. — В сборнике трудов НИИСтройкерамики. М., 1980, с. 124–133.
4. Павлов В.Ф., Бедрик О.М., Митрохин В.С. Синтез кордиерита из масс на основе алюмосиликатного шамота и магнезита. — В сборнике трудов НИИСтройкерамики. М., 1981, с. 132–137.