

УДК 666.3-135

Студ. Л.В. Кузьбар

Науч. рук. ассист., к.т.н. О.В. Кичкайло
(кафедра технологии стекла и керамики, БГТУ)

РАЗРАБОТКА ЛИТИЙАЛЮМОСИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОТЕРМОСТОЙКИХ ИЗДЕЛИЙ

Целью настоящего исследования является разработка керамических литийалюмосиликатных материалов с близкими к нулю значениями температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) для изготовления как конструкционных элементов, способных работать в современных установках (индукторах, печах сопротивления, лазерах, плазмотронах, атомных реакторах и т.п.) в условиях резких температурных перепадов, не разрушаясь при этом и сохраняя высокие эксплуатационные свойства, так и для кухонной посуды, предназначенной для приготовления пищи на любых источниках нагрева.

В ходе работы на основании изученных теоретических и экспериментальных данных были спроектированы и исследованы составы керамических материалов с повышенными термомеханическими характеристиками.

Исследования по синтезу термостойких материалов проводились в следующей системе компонентов: глина огнеупорная – каолин – песок кварцевый – карбонат лития – технический глинозем. В целях активизации процессов спекания литиевой керамики использовались апатитовый концентрат, ортофосфат кальция ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) и ортофосфат магния ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$), которые вводились отдельно в количестве 2, 4 и 6 мас. % сверх 100 мас. % при помоле компонентов. Изготовление изделий осуществлялось по технологии полусухого прессования со шликерной подготовкой массы. Высушенные образцы подвергались обжигу в электрической печи в температурном интервале $(1100-1200)\pm 10$ °С с выдержкой при максимальной температуре в течение 1 ч.

Опытные образцы, полученные в результате термообработки в диапазоне температур 1100–1200 °С, характеризовались равномерной окраской от бело-молочной до светло-бежевой цветовой гаммы. Качество обожженных образцов было удовлетворительным за исключением составов с добавками апатитового концентрата в количестве 6 мас. % при температуре обжига 1200 °С, характеризующихся незначительной деформацией и оплавлением поверхности. Это можно объяснить тем, что в сырьевых композициях в процессе обжига происходит существенное увеличение общего количества расплава, образуя-

щегося преимущественно на поверхности образцов и, как следствие, возникновение высокотемпературной деформации изделий.

Установлено, что введение добавок $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ и апатитового концентрата в количестве 2, 4 и 6 мас. % оказывает существенное влияние на формирование структуры керамики. При этом показатели усадки изменяются в пределах 2,0–8,5 %. Наименьшими значениями усадки обладали образцы, синтезированные при температуре обжига 1100 °С. Известно, что усадка керамических изделий зависит от состава и физико-химических свойств жидкой фазы. С повышением температуры спекания усадка образцов растет при увеличении количества жидкой фазы и ее накоплении в материале, образуется расплав, который за счет сил поверхностного натяжения более тесно связывает частицы между собой.

В ходе исследований установлено, что при температуре обжига 1100 °С все опробованные добавки не оказывают существенного интенсифицирующего действия на спекание материалов. Показатели спекаемости образцов изменяются незначительно и приблизительно остаются на уровне немодифицированных составов. Снижение водопоглощения опытных образцов происходит при их термообработке при 1200 °С. Минимальное значение водопоглощения достигнуто при введении добавки $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ в количестве 6 мас. % и составило 0,1 %. При введении $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ показатели водопоглощения изменяются в пределах 7,2–14,5 %, а с добавлением апатитового концентрата – 8,3–17,3 %. Можно отметить, что образцы, содержащие технический глинозем, характеризуются более высокими значениями водопоглощения.

Механическая прочность при изгибе материалов, полученных на основе масс исследуемой системы и обожженных при температуре 1100 °С, находится в пределах 7,7–16,0 МПа, при температуре 1150 °С – 9,4–22,8 МПа. Максимальные значения прочности при изгибе характерны для образцов с минимальными значениями водопоглощения и пористости при их максимальной плотности. При температуре обжига 1200 °С наблюдалось повышение механической прочности материалов при изгибе от 12,2 до 35,2 МПа.

Введение $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ способствует росту значений ТКЛР от 0,369 до $0,925 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ за счет возможного образования некоторого количества стеклофазы, характеризующейся повышенным термическим расширением. Стекла на основе алюмосиликатов лития в противоположность их кристаллическим аналогам имеют весьма высокие показатели ТКЛР, составляющие в зависимости от состава в интервале температур 20–500 °С $(3,93–7,70) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Добавка $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, напротив, спо-

способствует снижению показателей ТКЛР до $1,303 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. При введении апатитового концентрата достигаются наименьшие значения ТКЛР образцов, составляющие $(0,327-0,615) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Это, по всей видимости, обусловлено максимальной кристаллизацией литийалюмосиликатных кристаллических фаз, имеющих весьма низкое тепловое расширение.

На основании результатов эксперимента выбран оптимальный состав, наиболее удовлетворяющий поставленным задачам. Так, при введении добавки $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ в количестве 6 мас. % синтезированные материалы при температуре обжига $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ характеризовались следующими показателями: пористость 0,2 %, водопоглощение 0,1 %, кажущаяся плотность 2000 кг/м^3 , ТКЛР $0,925 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в интервале температур $(20-400) \text{ }^\circ\text{C}$, механическая прочность при изгибе 35,2 МПа, кислотостойкость 97,15 %, щелочеустойчивость 96,18 %. Термостойкость образцов составляла более 100 термоциклов.

Изучение фазовых превращений в керамических массах при обжиге с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии позволило установить, что введенная добавка ортофосфата магния способствует снижению температуры образования жидкой фазы. Так, происходит смещение температурного интервала в более низкотемпературную область, отвечающего процессам диссоциации карбонатов и плавления, с $670-730 \text{ }^\circ\text{C}$ до $640-720 \text{ }^\circ\text{C}$.

Рентгенофазовое исследование продуктов термообработки модифицированных ортофосфатом магния составов показало, что основная кристаллическая фаза, обеспечивающая высокую термостойкость образцам, представлена β -сподуменовыми твердыми растворами, количество которых увеличивается при повышении температуры обжига от 1100 до $1200 \text{ }^\circ\text{C}$. Получение указанной фазы наиболее целесообразно, так как именно она характеризуется низкими значениями ТКЛР, что обеспечивает высокую термостойкость изделий. В качестве сопутствующих фаз присутствуют муллит и корунд.

Электронно-микроскопическим исследованием выявлено, что структура материалов при введении добавки ортофосфата магния в количестве 6 мас. % характеризуется однородностью и значительной плотностью, что в свою очередь приводит к увеличению прочностных свойств разработанных материалов.

Полученные данные свидетельствуют о перспективности и целесообразности использования материалов данной системы, что обеспечивает возможность получения термостойких изделий многофункционального назначения.