

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**  
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **24570**

(13) **С1**

(45) **2025.04.20**

(51) МПК

**С 04В 35/106** (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗДЕЛИЯ ИЗ КЕРАМООГНЕУПОРНОГО  
МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ГЛИНОЗЕМА**

(21) Номер заявки: а 20230121

(22) 2023.05.19

(43) 2024.12.20

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Шмурадко Никита Андреевич; Пантелеенко Алексей Федорович; Пантелеенко Екатерина Федоровна; Пантелеенко Федор Иванович; Шмурадко Валерий Трофимович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) ВУ 23555 С1, 2021.

ВУ 23147 С1, 2020.

SU 1505914 А1, 1989.

RU 2100315 С1, 1997.

SU 814975, 1981.

DE 4109375 А1, 1992.

JP 6758147 В2, 2020.

(57)

Способ получения изделия из керамоогнеупорного материала на основе глинозема, при котором выполняют размол порошков глинозема и муллита, смешивают полученный глиноземистый зернистый наполнитель с 6,7-48,0 мас. % керамической связки, включающей порошки цирконя, бадделеита, оксидов магния, кремния и титана с размером частиц менее 1-2 мкм, предварительно активированные размол в водной среде с поверхностно-активным веществом, при этом соотношение фракционных размеров частиц керамической связки и наполнителя составляет от 1:100 до 1:300, полученную шихту гранулируют, из гранул путем прессования формируют заготовки изделия и спекают их при температуре 1350-1580 °С.

Изобретение относится к области технической керамики и, в частности, к огнеупорным производствам и выпуску термостойких керамоогнеупорных материалов на основе глинозема и его производных.

Известен способ получения термостойкого и трещиностойкого керамического материала [1], состоящий из приготовления порошковой шихты из кварцевого песка, корунда, оксида магния, варки из шихты алюмосиликатного стекла при 1600 °С и выдержке 2 ч. Стекло гранулируют литьем в воду; гранулят сушат и измельчают до порошковой фракции с удельной поверхностью  $S_{уд.} = 0,45 \text{ м}^2/\text{г}$ ; порошки стекла и корунда с  $S_{уд.} = 1,0 \text{ м}^2/\text{г}$  смешивают с 3 % по массе 12%-ного поливинилового спирта (в пересчете на сухое вещество); шихту протирают через сито, прессуют при давлении 62,5 МПа; спрессованные образцы спекают при 1500 °С с выдержкой 1 ч.

Однако данная шихта для получения керамического материала не обеспечивает высокие значения огнеупорности, трещиностойкости и термостойкости из-за высокого содержания стеклофазы (40-60 мас. %) и низкого оксида алюминия (40-60 мас. %).

Наиболее близким техническим решением к заявляемому объекту является способ получения материала [2], включающий размол, формование и спекание при 1630-1750 °С.

**ВУ 24570 С1 2025.04.20**

# BY 24570 C1 2025.04.20

Недостатком указанного способа является образование (при температурах спекания 1630-1750 °С) большого количества плавней и соответствующего им стекла, образующегося из 0,5-2,5 мас. % стеарата кальция + 5,5-7,5 мас. % глины + 20-30 мас. % глинозема. Это приводит к снижению огнеупорности и износостойкости при высоких температурах.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа получения керамоогнеупорного материала на основе глинозема с повышенными показателями огнеупорности, термо- и химической стойкости, механической прочности и износостойкости при повышенных температурах.

Решение поставленной задачи достигается в способе получения изделия из керамоогнеупорного материала на основе глинозема, при котором выполняют размол порошков глинозема и муллита, смешивают полученный глиноземистый зернистый наполнитель с 6,7-48,0 мас. % керамической связки, включающей порошки циркона, бадделеита, оксидов магния, кремния и титана с размером частиц менее 1-2 мкм, предварительно активированные размолотом в водной среде с поверхностно-активным веществом, при этом соотношение фракционных размеров частиц керамической связки и наполнителя составляет от 1:100 до 1:300, полученную шихту гранулируют, из гранул путем прессования формируют заготовки изделия и спекают их при температуре 1350-1580 °С.

## Пример 1.

Способ получения керамоогнеупорного материала, используя метод изостатического прессования.

Основными технологическими этапами получения керамоогнеупорного материала с повышенными показателями огнеупорности, термо- и химической стойкости и механической прочности при повышенных температурах являются:

сухой размол порошка глинозема и муллита с размером частиц ~ 1 мм (с добавкой 3 мас. % поверхностно-активного вещества (ПАВ) - синтанола ДС-10 или синтамида-5) до фракции 500-600 мкм, причем данная добавка при помоле придает пластичные свойства порошку за счет ее поверхностной адгезии на частицах;

мокрый (жидкостной) размол порошковой композиции в течение 5 ч (MgO – 1 мас. %; TiO<sub>2</sub> - 1 мас. %; циркон (ZrSiO<sub>4</sub>) - 15 мас. %; бадделеит (m-ZrO<sub>2</sub>) - 9 мас. %; SiO<sub>2</sub> – 3 мас. %) в водной среде с добавкой ПАВ 2 мас. % до ультрадисперсного порошкового (УДП) состояния - менее 1-2 мкм;

сушка жидкостной суспензии из УДП до относительной влажности 7-9 %;

смешивание зернистого наполнителя (500-600 мкм), состоящего из глинозема и муллита, с порошковой средой из УДП менее 1-2 мкм, что отвечает гранулометрическому диапазону и соотношению (1:100)-(1:300) между мелкой (УДП) и крупной (заполнителем) порошковыми фракциями;

гранулирование и рассев шихты на фракции (+ 1 - 1,5) мм и (+ 0,1 - 0,3) мкм;

прессование из шихты призматических балок и тиглей при 50-250 МПа, где установлено оптимальное давление (150 МПа) для данного фазового состава шихты и ее гранулометрии;

спекание призматических балок и тиглей выполнялось по тепловому режиму 24 - 1000 - 1350 - 1580 °С в течение 16 ч и выдержке при 1580 °С 3 ч (в диапазоне 0,7-0,9 t<sub>пл</sub> компонентов шихты, образующих материал).

Испытания на термоциклирование (R<sub>t</sub>-вода) выполнялось на балках 10×10×100 мм в проточной воде. Число теплосмен до разрушения (появления первой трещины) составило 30-33 цикла.

Износостойкость определялась на машине трения с керамической парой вал - диск и составила по относительной потере массы 0,15-0,16 %. Фазовые составы и показатели свойств для разработанного материала и оптимальных его составов № 3\* и 4\* представлены в табл. 1 и 2.

## Пример 2.

# ВУ 24570 С1 2025.04.20

Способ получения керамоогнеупорного материала (изделий), используя метод виброформования.

Согласно вышеуказанным основным технологическим этапам (размолу сухому и мокрому) была получена шихта из зерновых заполнителей (глинозема и муллита) зернистостью 0,5-3,0 мм; мокрым (жидкостным) размолом получена высококонцентрированная керамическая вяжущая суспензия (ВКВС) - вяжущее - дисперсионно-дисперсная система, состоящая из дисперсионной водной среды с химическими электролитами ( $\text{Na}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{Na}_2\text{SiO}_4$ , УЩР), обеспечивающими при pH 9-10 разжижающее действие ВКВС на текучесть (подвижность) керамоогнеупорной системы с заполнителями при виброформовании крупногабаритных (сложной геометрии) изделий (воронок) по режиму: частота вибростенда 120-360 об/мин, амплитуда 0,1-1,2 мм; время формования 2 мин. Упрочнение материала изделий проходило в режиме самоотвердения (самоупрочнения) на воздухе в металлической оснастке (опалубке) в течение 3-5 ч; после распалубки изделие подвергалось тепловой обработке - сушке (влагоудалению) и дальнейшему самоупрочнению в сушильном шкафу в течение 10-12 ч при  $t = 24-360$  °C и выдержке 3 ч.

Таблица 1

## Составы керамоогнеупорного материала

№ материала	Исходные фазовые составы	Температура плавления $t_{пл}$ , °C	Количественные фазовые составы материала, мас. % и № фаз					
			1	2	3*	4*	5	прототип
1	Глинозем	2050	88,3	75	51	45	22	70-85
2	Муллит	1910	5	10	20	25	30	9-20
3	Оксид магния	2800	0,1	0,5	1	3	5	-
4	Оксид титана	1840	0,1	0,5	1	2	3	-
5	Циркон	1855	5	9	15	11	20	-
6	Бадделеит	2700	1	4	9	10	15	-
7	Диоксид кремния	1730	0,5	1	3	4	5	-

\* - оптимальные составы.

Таблица 2

## Свойства керамоогнеупорного материала

№ п/п	Характеристика материала	№ фазовых составов и показатели их свойств					
		1	2	3*	4*	5	прототип-аналог
1	Общая пористость, %	5	7	12	15	21	15,5-18
2	Относительная плотность, %	95	93	88	84	79	-
3	Прочность при сжатии, $\sigma_{сж}$ , МПа	703	688	698	603	581	-
4	Прочность при изгибе, $\sigma_{изг}$ , МПа	290	300	303	298	277	-
5	Модуль упругости, E, ГПа	290	280	227	221	199	-
6	Трещиностойкость, $K_{Ic}$ , МПа $\times\text{м}^{0,5}$	3,6	4,3	4,5	4,2	3,9	аналог 3,4-3,6
7	Теплопроводность, Вт/м $\cdot$ К при 20 °C	20,5	18,1	17	16,4	14,3	-
8	Термостойкость, число водяных теплосмен $R_t$ 1000-вода	16	21	33	30	25	аналог $R_t$ 800-вода - 20-27
9	ТКЛР, $\alpha \times 10^{-6}$ °C $^{-1}$ при 20-100 °C	8,1	7,7	6,1	5,7	5,4	6,7-6,8
10	Износостойкость**, %	0,36	0,33	0,16	0,18	0,4	Стойкость к истиранию, % - 0,3-0,4

\*\* - износостойкость определялась по относительной потере массы на машине трения и керамической паре вал - диск.

# ВУ 24570 С1 2025.04.20

В рамках хоздоговоров были изготовлены керамоогнеупорные воронки для НПО "Центр" НАНБ; изделия были испытаны для литья алюминий-магниевого сплава и чугунов в высокооборотистую центрифугу - кристаллизатор; получены качественные металлические отливки (без оксидных включений) с особыми кристаллической структурой и свойствами; поддерживающие ролики для производства металлокорда и проволоки катанки ОАО "БМЗ-УКХ"- "БМК", г. Жлобин.

Источники информации:

1. SU 15571035 A1, 1990.
2. SU 1505914 A1, 1989.