

*Л.О. АНГОЛЕНКО*, канд. техн. наук,

*Г.Д. СЕМЧЕНКО*, докт. техн. наук, *С.В. ТИЩЕНКО*,

*Т.В. ІЛЫЧОВА*, НТУ «ХПІ», м. Харків

*В.В. ПОВШУК*, ВАТ «Укрспецогнеупор», м. Запоріжжя

## **ОПТИМІЗАЦІЯ СКЛАДІВ МАС КОМПОЗИЦІЇ $Al_2O_3 - SiC - C$ МЕТОДОМ ПОВНОГО ФАКТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ**

Представлено результати оптимізації складів мас на основі композиції  $Al_2O_3 - SiC - C$ , що містять добавки високоглиноземистого цементу, реактивного глинозему й  $SiO_2$ , у вигляді рівняння регресії, де значимими факторами є вміст  $SiC$  і кремнезему. Установлено, що для одержання щільних матеріалів кількість карбіду кремнію не повинна перевищувати 20 мас. % при введенні реактивного глинозему в кількості 1 мас. % й  $SiO_2$  – до 2,5 мас. % (понад 100 %).

The results of optimization of masses on the basis of  $Al_2O_3 - SiC - C$  composition, containing additive of highly alumina cement, reactive alumina and  $SiO_2$ , as the equation of regress, where the meaningful factors are the content of  $SiC$  and silica have been presented. It has been established, that for obtaining of dense materials the quantity of silicon carbide should not exceed 20 wt. % with addition of reactive in quantity 1 wt. %, and  $SiO_2$  – up to 2,5 wt. % (over 100 %).

Матеріали на основі композиції  $Al_2O_3 - SiC - C$  мають широке впровадження в металургійній промисловості: їх застосовують для виготовлення виробів для ковзних затворів, заглибних стаканів і різних неформованих вогнетривів, наприклад, для футеровки льоток і жолобів [1 – 2]. Введення карбіду кремнію сприяє підвищенню абразивної й корозійної стійкості корундографітових матеріалів [3], а графіт знижує температурний коефіцієнт лінійного розширення й підвищує теплопровідність і термічну стійкість [4 – 5], що особливо актуально при виготовленні неформованих вогнетривів. Для підвищення їх механічної міцності, зниження поруватості, збільшення щільності, що перешкоджає проникненню шлаків і розплавленого металу у футеровку жолобів, використовують різні зв'язуючі (органічні, мінеральні, органо-мінеральні) [6 – 7] і добавки, що сприяють спіканню й запобіганню окисненню графіту [8], а також в'язучі для досягнення високої механічної міцності [9]. Тому для забезпечення необхідної стійкості футеровки жолобів необхідно оптимізувати фазовий склад вогнетривких матеріалів на основі композиції  $Al_2O_3 - SiC - C$ , використовуючи в'язучі компоненти, пластифікуючі та спікаючі добавки, наприклад, кремнезему й реактивного глинозему, вияв-

ляючи їх вплив на фізико-механічні властивості ультранизькоцементних мас.

**Мета роботи** – оптимізувати склади матеріалів композиції  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C}$ , а саме вміст карбїду кремнію, реактивного глинозему та добавки  $\text{SiO}_2$ , визначити уявну щільність та межу міцності на стиск сирцю та випалених при  $1450\text{ }^\circ\text{C}$  матеріалів, виявити фізико-механічні характеристики неформованих вогнетривів.

Матеріали розробляли з використанням електрокорунду крупної й дрібної фракції, тонкодисперсного карбїду кремнію в кількості 20 – 30 мас. %, графіту лускатого 5 мас. %, високоглиноземистого цементу 5 мас. % (понад 100 %), 5 мас. % (понад 100 %) алюмохромфосфатного зв'язуючого, а також добавок  $\text{SiO}_2$  і реактивного глинозему. Зразки виготовляли методом набивання, потім термообробляли при  $1450\text{ }^\circ\text{C}$ . Визначено уявну щільність як сирцю, так і термооброблених матеріалів.

Залежність уявної щільності сирцевих корундографітових карбїдкремнійвмісних ультранизькоцементних вогнетривких мас від кількості карбїду кремнію представлено на рис. 1а та рис. 1б. Аналіз залежностей  $\rho_{\text{уяв}}$  від кількості карбїду кремнію в шихті показує, що уявна щільність сирцю зменшується на 4,5 – 6,2 % з підвищенням масової частки  $\text{SiC}$  від 20 до 30 мас. %. Вплив добавки реактивного глинозему на величину уявної щільності незначний ( $\pm 0,5 - 1,5\%$ ), добавка кремнезему знижує величину  $\rho_{\text{уяв}}$  на 2 – 3,5 %, спільне введення добавки  $\text{SiO}_2$  і реактивного глинозему зменшує щільність сирцю на 2,5 – 4 %.

Оптимізацію складів мас здійснювали методом полного факторного експерименту виду  $2^3$  [10], де в якості функції відгуку обрали уявну щільність, а змінними стану були:  $X_1$  – кількість карбїду кремнію, мас. % (20 – 30 мас. %);  $X_2$  – кількість реактивного глинозему, мас. % (0 – 1 мас. %);  $X_3$  – кількість кремнеземистої добавки, мас. % (0 – 5 мас. %). Матрицю планування представлено в таблиці. Отримано математичну модель, що описує залежність уявної щільності від кількості карбїду кремнію, реактивного глинозему та  $\text{SiO}_2$ , у вигляді рівняння

$$\rho_{\text{уяв}} = 2,50625 - 0,07375 x_1 - 0,02125 x_3,$$

що адекватно описує отримані експериментальні дані.

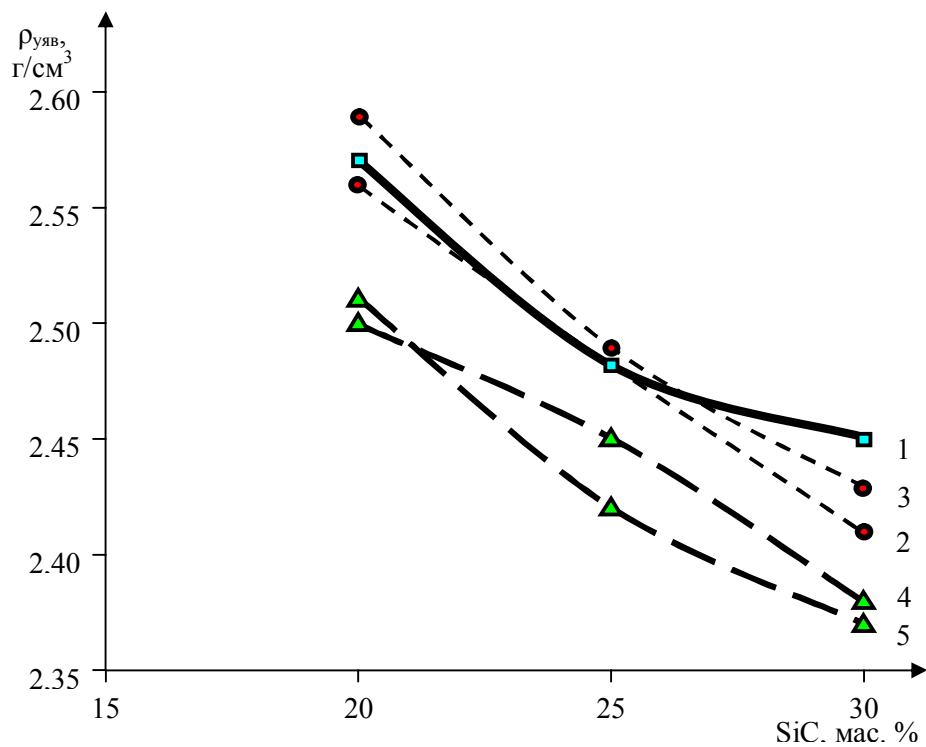


Рис. 1. Залежність уявної щільності сирцю мас на основі композиції  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C} - \text{ВГЦ} - \text{АХФЗ}$  від кількості карбиду кремнію,  $\text{SiO}_2$  і реактивного глинозему (РГ): 1 – без добавок; 2 – 0,5 мас. % РГ; 3 – 1 мас. % РГ; 4 – 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 5 – 5 мас. %  $\text{SiO}_2$

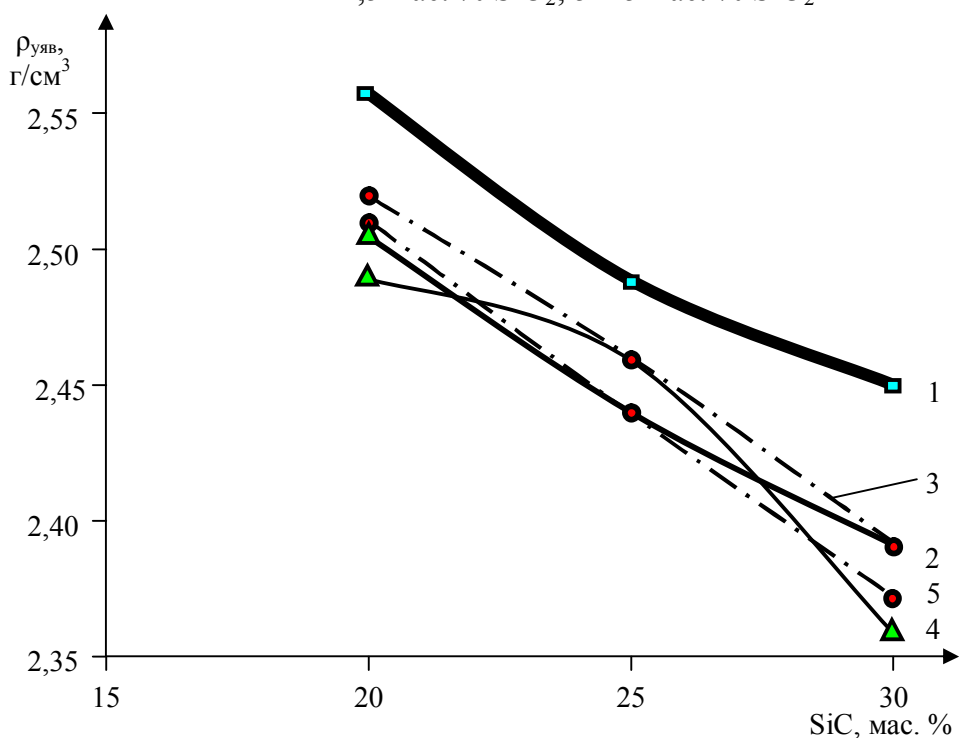


Рис. 2. Залежність уявної щільності сирцю від кількості карбиду кремнію в вогнетривких бетонах системи  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C} - \text{АХФЗ}$  із введенням різної кількості добавок  $\text{SiO}_2$  і реактивного глинозему: 1 – без добавок; 2 – 0,5 мас. % РГ + 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 3 – 1 мас. % РГ + 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 4 – 0,5 мас. % РГ + 5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 5 – 1 мас. % РГ + 5 мас. %  $\text{SiO}_2$

Матриця планування та результати експерименту

№	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	Y <sub>u1</sub>	Y <sub>u2</sub>	Y <sub>u3</sub>	Y <sub>u4</sub>	$\bar{y}_u$	$\tilde{y}_u$	$(\bar{y}_u - \tilde{y}_u)^2 \cdot 10^5$
1	+	+	+	2,41	2,42	2,41	2,41	2,41	2,41125	0,1562
2	-	+	+	2,56	2,57	2,56	2,55	2,56	2,55875	0,1562
3	+	-	+	2,41	2,41	2,41	2,40	2,41	2,41125	0,1562
4	-	-	+	2,56	2,56	2,56	2,55	2,56	2,55875	0,1562
5	+	+	-	2,46	2,46	2,46	2,45	2,46	2,45375	3,9062
6	-	+	-	2,61	2,59	2,60	2,60	2,60	2,60125	0,1562
7	+	-	-	2,47	2,45	2,43	2,43	2,45	2,45375	3,9062
8	-	-	-	2,61	2,60	2,60	2,57	2,60	2,60125	0,1562

$$\Sigma = 8,7499$$

Як видно з рівняння, вплив фактора  $x_2$  – вмісту реактивного глинозему в матеріалі – незначний й не враховується в рівнянні регресії. Вплив фактора  $x_1$  (вмісту карбиду кремнію) на величину уявної щільності більш значний, ніж фактора  $x_3$  (вмісту кремнеземистої добавки).

Уявна щільність матеріалів після випалу, у порівнянні зі щільністю сирцю (2,36 – 2,59 г/см<sup>3</sup>), у середньому підвищується на 0,5 – 2,5 %.

Як видно з рис. 3 та рис. 4, з підвищенням вмісту SiC від 20 до 30 мас. % уявна щільність випалених матеріалів композиції Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiC – C на ВГЦ й АХФЗ, як і для сирцю, знижується на 5,9 – 6,9 % від 2,39 до 2,62 г/см<sup>3</sup>.

Введення добавки реактивного глинозему підвищує щільність випаленого матеріалу незначно на 0,4–0,8 %, від 2,45–2,60 г/см<sup>3</sup> до 2,46–2,62 г/см<sup>3</sup> (це пояснюється пластифікуючим ефектом даної добавки при набиванні через її високу дисперсність – менше 1 мкм, а також більш низькою температурою спікання), при цьому ефективніше його введення в кількості 1 мас. % , ніж 0,5 мас. % (понад 100 %). Добавка кремнезему знижує величину  $\rho_{уяв}$  на 0,8 – 1,6 % (від 2,45 – 2,60 г/см<sup>3</sup> до 2,41 – 2,56 г/см<sup>3</sup>), що обумовлено його більш низькою питомою вагою в порівнянні з корундом і карбідом кремнію – 2,63 проти 3,99 й 3,21 г/см<sup>3</sup> відповідно. Спільне введення добавки SiO<sub>2</sub> і реактивного глинозему зменшує щільність на 1,2 – 2,5 %. При цьому щільність вище при введенні комплексної добавки реактивний глинозем – кремнезем при співвідношенні РГ : SiO<sub>2</sub> = 1 : 2,5. Для одержання більш щільних матеріалів композиції Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiC – C з введенням до їх складу високо глиноземистого цементу сумісно з алюмохромфосфатною зв'язкою у кількості до

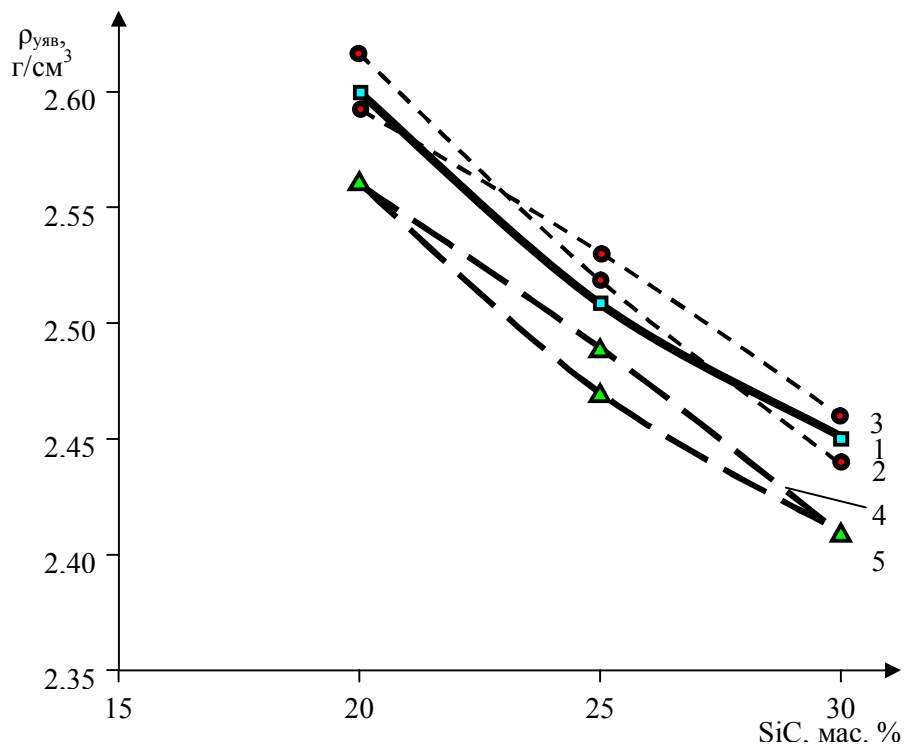


Рис. 3. Залежність уявної щільності випалених мас композиції  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C} - \text{ВГЦ} - \text{АХФЗ}$  від кількості карбіду кремнію,  $\text{SiO}_2$  та реактивного глинозему (РГ): 1 – без добавок; 2 – 0,5 мас. % РГ; 3 – 1 мас. % РГ; 4 – 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 5 – 5 мас. %  $\text{SiO}_2$

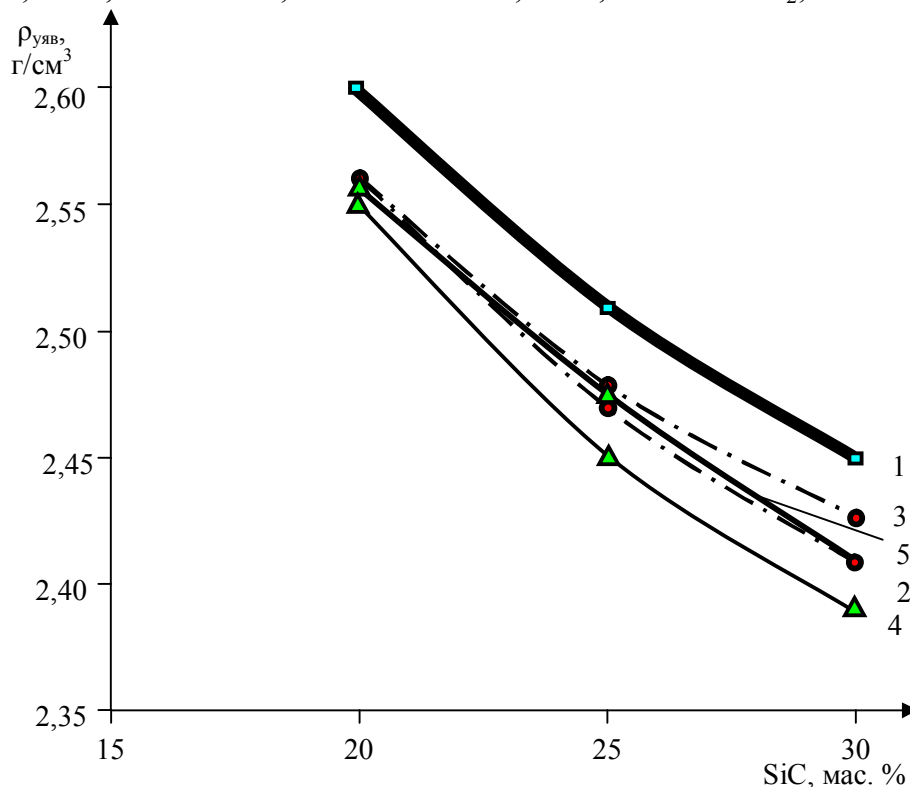


Рис. 4 – Залежність уявної щільності випалених матеріалів композиції  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C} - \text{ВГЦ} - \text{АХФЗ}$  від кількості карбіду кремнію з введенням різної кількості добавок  $\text{SiO}_2$  та реактивного глинозему (РГ):  
 1 – без добавок; 2 – 0,5 мас. % РГ + 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 3 – 1 мас. % РГ + 2,5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ;  
 4 – 0,5 мас. % РГ + 5 мас. %  $\text{SiO}_2$ ; 5 – 1 мас. % РГ + 5 мас. %  $\text{SiO}_2$

5 мас. %, рекомендується вводити карбід кремнію до 20 мас. % та добавку реактивного глинозему 1 мас. % (понад 100 %).

Введення кремнеземистої добавки обумовлено її здатністю утворювати при випалі склофазу, що перешкоджає вигорянню графіту, тому її вміст бажаний до 2,5 мас. % (понад 100 %). Комплексна добавка реактивний глинозем – кремнезем ефективна у кількості 1 мас. % РГ + 2,5 мас. % SiO<sub>2</sub>.

Таким чином, в результаті проведених дослідів виявлено вплив на уявну щільність матеріалів системи Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiC – C, що містять ВГЦ, добавки SiO<sub>2</sub>, реактивного глинозему та АХФЗ, встановлено, що найбільший вплив на щільність матеріалу має вміст карбіду кремнію. Його збільшення від 20 до 30 мас. % зменшує уявну щільність. Введення добавки реактивного глинозему та SiO<sub>2</sub> сприяє ущільненню матеріалу Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiC – C за рахунок їх пластифікуючої та спікаючої дії.

**Список літератури:** 1. *Tsukamoto N.* Present Situation and Future Forecast of Japanese Refractories Industry // World Refractory Congress – 2004. Suntec Singapore, 27 – 29 June 2004. Session 4. – Р. 1 – 13. 2. *Маргишвили А.П., Кузнецова О.С., Коваленко А.А. и др.* Алюмокарбидкремнеуглеродистые огнеупоры для футеровки передвижных миксеров // Новые огнеупоры. – М.: ООО «Интермет Инжиниринг». – 2007. – № 11. – С. 28 – 30. 3. *Тахаутдинов Р.С., Маркин В.Ф., Никифоров А.Н. и др.* Повышение эффективности службы огнеупоров в футеровке передвижных миксеров // Бюл. науч.-техн. информации «Черная металлургия». – 1999. – Вып. 7 – 8. – С. 53 – 54. 4. *Овсянников В.Г., Маркин В.Ф., Никифоров А.Н. и др.* Опыт использования алюмокарбидкремнеуглеродистых огнеупоров в футеровке передвижных миксеров ОАО ММК // Новые огнеупоры. – М.: ООО «Интермет Инжиниринг». – 2007. – № 2. – С. 4 – 7. 5. *Суворов С.А., Дука А.П.* Влияние углерода и карбида кремния на свойства карбоксилированных огнеупоров // Новые огнеупоры. – М.: ООО «Интермет Инжиниринг». – 2007. – № 4. – С. 35 – 37. 6. *Кононов В.А.* Производство огнеупорных материалов в России и перспективы его развития. Часть I. Структура и сырьевая база огнеупорных предприятий // Огнеупоры и техническая керамика. – М.: ООО «Меттекс». – 2001. – № 12. – С. 30 – 41. 7. *Карпунин И.А., Владимиров В.С., Мойзис С.Е.* Механизм фосфатного твердения и перспективы применения металлофосфатных материалов (обзор). Часть II. Адгезионные свойства фосфатных вяжущих материалов // Новые огнеупоры. – М.: ООО «Интермет Инжиниринг». – 2005. – № 9. – С. 54 – 58. 8. *Суворов С.А., Дука А.П.* Защита карбоксилированных огнеупоров от воздействия окислительной атмосферы // Огнеупоры и техническая керамика. – М.: ООО «Меттекс». – 2007. – № 9. – С. 19 – 23. 9. *Замятин С.Р., Пургин А.К., Хорошавин Л.Б. и др.* Огнеупорные бетоны. – М.: Металлургия, 1982. – 192 с. 10. *Шведков Е.Л.* Элементарная математическая статистика в экспериментальных задачах материаловедения. – К.: Наукова думка. – 1975. – 112 с.

Надійшла до редколегії 28.04.08