

*Д-р техн. наук В. В. Примаченко,  
канд. техн. наук В. В. Мартыненко, канд. техн. наук И. Г. Шулик,  
канд. техн. наук Т. Г. Гальченко, Е. Б. Процак,  
Д. А. Шишковский, Л. В. Белик  
(ПАО «УКРНИИ ОГНЕУПОРОВ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО»,  
г. Харьков, Украина)*

## **Исследование прессуемости масс из стабилизированного диоксида циркония в зависимости от их влажности и давления прессования**

### **Введение**

Диоксидциркониевые огнеупорные изделия и материалы благодаря своей высокой огнеупорности и инертности в различных средах широко применяются в промышленности [1—5].

В ПАО «УКРНИИ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» разработана технология и изготавливаются методом полусухого прессования огнеупорные изделия из стабилизированного диоксида циркония для печей выработки особочистого кварцевого стекла.

Прессованные изделия с высокими показателями свойств возможно получить, прежде всего, при правильном подборе влажности массы и давления прессования [6—10]. Известно [6; 8], что содержание временной связки в порошке значительно влияет на процесс прессования и конечную плотность полуфабриката. Пленки воды или другой связки уменьшают трение между минеральными частицами и облегчают процесс уплотнения. Поэтому в более влажных массах начальная стадия сжатия протекает интенсивнее. Однако, при повышении содержания жидкой связки процесс уплотнения лимитируется ее объемом и предельная плотность снижается, поэтому дальнейшее повышение давления прессования на плотность уже не влияет. При оптимальных влажности массы и давлении прессования сырец имеет минимальную пористость. При уменьшении или увеличении влажности массы пористость сырца повышается [6].

Однако следует подчеркнуть, что влияние влажности массы и давления прессования на свойства огнеупоров, в том числе и диоксидциркониевых, изучены еще недостаточно.

В настоящей статье изложены результаты исследований по установлению оптимальных влажности массы и давления прессования для конкретных огнеупоров из диоксида циркония, стабилизированного оксидом кальция, изготавливаемых в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» для печей выработки кварцевого стекла.

### Экспериментальная часть

При проведении исследований использованы следующие исходные материалы: бадделеитовый порошок марки ПБ-ХО по ТУ 1762-003-00186759-2000 производства АО «Ковдорский ГОК» (РФ); диоксид циркония, стабилизированный оксидом кальция, изготовленный в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО». В качестве временной технологической связки использовали технический лигносульфонат марки А по ТУ У 2455-064-05711131-03.

Химический состав основных исходных материалов приведен в таблице.

Таблица

Химический состав исходных материалов

Наименование материала	Массовая доля, %							
	ZrO <sub>2</sub> + HfO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Δm <sub>прк</sub>
Бадделеит марки ПБ-ХО	99,36	—*	0,215	0,005	0,045	0,073	0,075	0,058
Диоксид циркония, стабилизированный СаО	94,37	0,14	0,08	0,07	—	5,20	—	0,14

\* Содержание компонента не нормируется или не определяли.

Исследование зависимости прессуемости формовочной массы из стабилизированного диоксида циркония и основных показателей свойств образцов, изготовленных из нее, от влажности массы и давления прессования проводили на образцах, состав которых идентичен составу изделий из диоксида циркония, стабилизированного оксидом кальция, изготавливаемых институтом для печей выработки кварцевого стекла. Прессуемость масс оценивали по кажущейся плотности свежесформованных и высушенных образцов.

Формовочные массы для исследований готовили с влажностью 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 %. Лабораторные образцы в виде цилиндра диаметром и высотой 36 мм изготавливали

из приготовленных масс методом полусухого прессования при удельных давлениях прессования 50, 75 и 100 Н/мм<sup>2</sup>. При влажностях масс 4,0 и 4,5 % при всех давлениях прессования из образцов выдавливалась вода, большее количество воды — при 100 Н/мм<sup>2</sup>. Определяли кажущуюся плотность свежесформованного сырца расчетным путем. Затем образцы сушили при температуре 110 °С в сушильном шкафу в течение 2 ч и также расчетным путем определяли кажущуюся плотность высушенного сырца. Высушенные образцы обжигали в газопламенной печи периодического действия при температуре 1750 °С с шестичасовой изотермической выдержкой при этой температуре.

Влажность формовочных масс определяли по ГОСТ 28584—90, открытую пористость и кажущуюся плотность обожженных образцов — по ГОСТ 2409—95 (ИСО 5017-88), предел прочности при сжатии — по ГОСТ 4071.1—94 (ИСО 10059-1-92).

### Результаты и их обсуждение

Зависимость кажущейся плотности свежесформованных образцов от влажности формовочной массы и удельного давления прессования приведена на рис. 1, высушенных образцов — на рис. 2.

Как видно из рис. 1, максимальная кажущаяся плотность свежесформованных образцов для давлений прессования 50

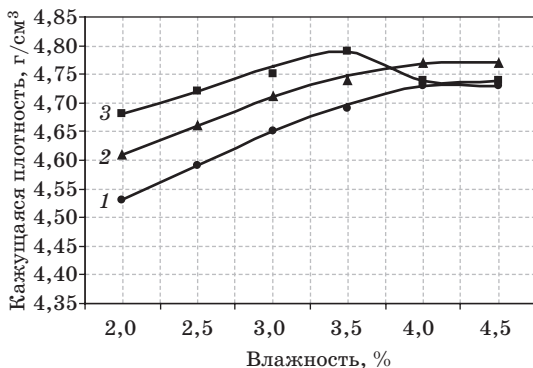


Рис. 1. Зависимость кажущейся плотности свежесформованного сырца от влажности формовочной массы и давления прессования:

- 1 — давление прессования 50 Н/мм<sup>2</sup>;
- 2 — давление прессования 75 Н/мм<sup>2</sup>;
- 3 — давление прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>

и 75 Н/мм<sup>2</sup> достигается при влажности массы 4,0 %, для давления прессования 100 Н/мм<sup>2</sup> — при более низкой влажности (3,5 %). Дальнейшее увеличение влажности масс не приводит к увеличению кажущейся плотности свежесформованных образцов. Для всех опробованных влажностей масс кажущаяся плотность свежесформованных образцов увеличива-

ется при увеличении давления прессования от 50 до 75 Н/мм<sup>2</sup>. Исключение составляют образцы, спрессованные из масс с влажностью 4,0 и 4,5 % при давлении 100 Н/мм<sup>2</sup>, для них характерно уменьшение кажущейся плотности по сравнению с образцами, изготовленными при этом же давлении из массы с влажностью 3,5 %, что объясняется, как отмечено выше, выдавливанием из них большего количества воды.

Из рис. 2 видно, что для высушенных образцов характерна другая закономерность по сравнению со свежесформованными образцами. На кривых зависимости их кажущейся плотности от влажности массы имеются, хотя и незначительные, перегибы (максимальные значения кажущейся плотности) при всех давлениях прессования. Чем выше давление прессования, тем при меньшей влажности наблюдается перегиб: для давления 50 Н/мм<sup>2</sup> — при влажности массы 4,0 %; для давления 75 Н/мм<sup>2</sup> — 3,5—4,0 %; для давления 100 Н/мм<sup>2</sup> — 3,0—3,5 %. При увеличении влажности масс вышеуказанных значений наблюдается уменьшение, хотя также незначительное, кажущейся плотности высушенных образцов, что свидетельствует о наличии в свежесформованных образцах избыточной воды.

Хотя, как отмечалось выше, кажущаяся плотность свежесформованных образцов, спрессованных из масс с влажностью 4,0 и 4,5 % при давлении прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>, ниже, чем образцов из этих же масс, спрессованных при давлении 75 Н/мм<sup>2</sup>, однако разница в кажущейся плотности высушенных образцов при влажностях формовочных масс, составляющих 3,0—3,5 % и 3,5—4,0 %, уменьшается для всех давлений прессования, а при влажности массы 4,5 % кажущаяся плотность образцов после их высушивания становится близкой, т. е. она уже практически не зависит от давления прессования. Это также свидетельствует

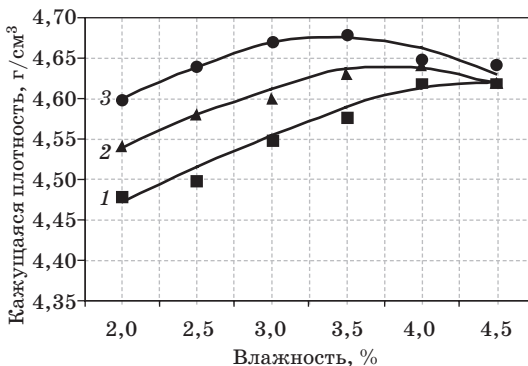


Рис. 2. Зависимость кажущейся плотности высушенного сырца от влажности формовочной массы и давления прессования:

- 1 — давление прессования 50 Н/мм<sup>2</sup>;
- 2 — давление прессования 75 Н/мм<sup>2</sup>;
- 3 — давление прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>

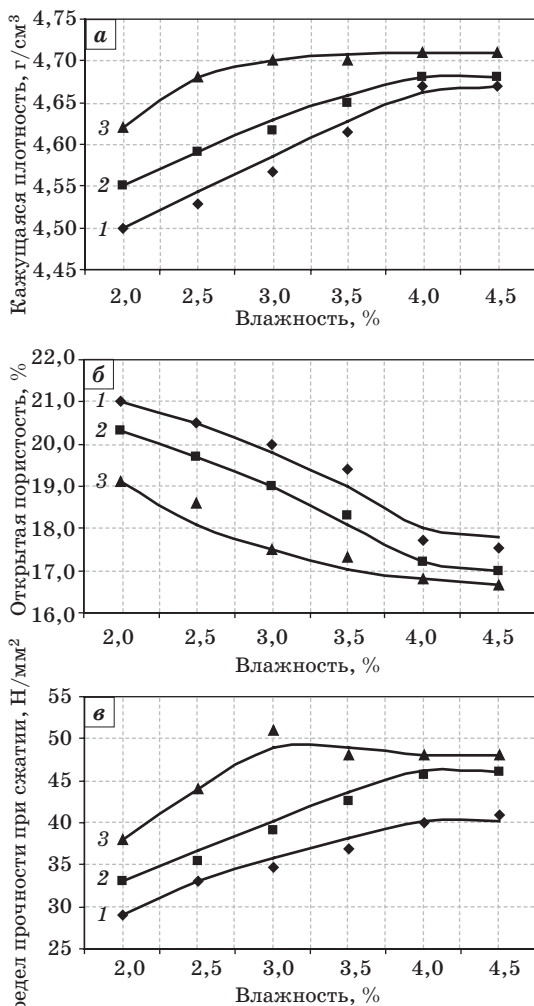


Рис. 3. Зависимость кажущейся плотности (а), открытой пористости (б) и предела прочности при сжатии (в) обожженных образцов от влажности формовочной массы и давления прессования: 1 — давление прессования 50 Н/мм<sup>2</sup>; 2 — давление прессования 75 Н/мм<sup>2</sup>; 3 — давление прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>

о наличии избыточной воды в свежесформованных образцах из масс с влажностью 3,5; 4,0 и 4,5 %, но при влажности массы 3,5 % вода из них не выдавливалась.

Зависимость основных показателей свойств обожженных образцов от влажности массы (2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 %) и давления прессования (50, 75, 100 Н/мм<sup>2</sup>) приведена на рис. 3.

Как видно из рис. 3, кажущаяся плотность обожженных образцов для всех давлений прессования увеличивается практически до тех же значений влажности масс, что и для высушенных образцов: для давлений 50 и 75 Н/мм<sup>2</sup> — до влажности масс 3,5—4,0 %; для 100 Н/мм<sup>2</sup> — 3,0—3,5 %. Дальнейшее увеличение влажности масс практически не приводит к увеличению кажущейся плотности

обожженных образцов при всех давлениях прессования (на кривых зависимости кажущейся плотности образцов от влажности

массы нет перегибов, в отличие от кривых для высушенных образцов, представленных на рис. 2). Разница в кажущейся плотности обожженных образцов, как и высушенных, при влажностях формовочных масс, составляющих 3,0—3,5 % и 3,5—4,0 %, уменьшается для всех давлений прессования, а при влажности массы 4,5 % кажущаяся плотность образцов после их обжига становится близкой, т. е. она практически не зависит от давления прессования. Соответственно изменяются открытая пористость и предел прочности при сжатии обожженных образцов. Открытая пористость уменьшается, а предел прочности при сжатии увеличивается для давлений 50 и 75 Н/мм<sup>2</sup> — до влажности массы 3,5—4,0 %, для 100 Н/мм<sup>2</sup> — 3,0—3,5 %.

Анализ полученных результатов по кажущейся плотности свежесформованных, высушенных и обожженных образцов, а также по открытой пористости и пределу прочности при сжатии обожженных образцов показывает, что оптимальной влажностью для конкретной массы исследованного состава, используемой в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» для изготовления диоксидциркониевых огнеупоров для печей выработки особочистого кварцевого стекла, является влажность 3,0—3,5 %, оптимальным давлением прессования — 100 Н/мм<sup>2</sup>. Эти параметры обеспечивают получение свежесформованных образцов с кажущейся плотностью 4,75—4,79 г/см<sup>3</sup>, высушенных образцов — 4,67—4,68 г/см<sup>3</sup> и кажущейся плотностью, открытой пористостью и пределом прочности при сжатии обожженных образцов соответственно 4,70 г/см<sup>3</sup>, 17,0—17,3 % и 48—51 Н/мм<sup>2</sup>. Указанные свойства обожженных образцов превышают аналогичные характеристики огнеупоров того же состава, которые производятся в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» при других параметрах влажности и давлениях прессования.

В результате выполненных исследований уточнена технология изготовления указанных диоксидциркониевых огнеупоров. Уточненная технология освоена на опытном производстве ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО».

## Заклучение

Исследована прессуемость массы конкретного состава из стабилизированного диоксида циркония, используемой в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» для изготовления огнеупоров для печей выработки особочистого кварцевого стекла, в зависимости от ее влажности (2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 %)

и давления прессования (50, 75, 100 Н/мм<sup>2</sup>). Установлены оптимальная влажность формовочной массы (3,0—3,5 %) и давление прессования (100 Н/мм<sup>2</sup>), обеспечивающие получение свежесформованных образцов с кажущейся плотностью 4,75—4,79 г/см<sup>3</sup>, высушенных образцов — 4,67—4,68 г/см<sup>3</sup>, кажущейся плотностью, открытой пористостью и пределом прочности при сжатии обожженных образцов соответственно 4,70 г/см<sup>3</sup>, 17,0—17,3 % и 48—51 Н/мм<sup>2</sup>. Указанные свойства обожженных образцов превышают аналогичные характеристики диоксидциркониевых изделий того же состава, которые производятся при других параметрах влажности и давления прессования.

Для каждой конкретной массы с ее конкретными компонентами, химическим, минералогическим и зерновым составом должны быть установлены оптимальные влажность и давление прессования.

### Библиографический список

1. Высокоогнеупорные материалы из диоксида циркония / [Рутман Д. С., Торопов Ю. С., Плинер С. Ю. и др.]. — М. : Металлургия, 1985. — 138 с.
2. Огнеупоры для промышленных агрегатов и топок : справ. изд. : в 2 кн. / [сост. Кашеев И. Д., Алфеева В. Г., Ладыгичев М. Г. и др. ; ред. Кашеев И. Д.]. — М. : Интермет Инжиниринг, 2000. — Кн. 1: Производство огнеупоров. — 663 с.
3. Применение огнеупоров из диоксида циркония в печах непрерывного действия / [А. Г. Караулов, И. М. Левин, А. С. Пчелкина [и др.]] // Стекло и керамика. — 1986. — № 5. — С. 13—14.
4. Служба огнеупоров из диоксида циркония в газопламенных печах непрерывного действия / А. Г. Караулов, Т. М. Шляхова, В. А. Сенников и др.] // Стекло и керамика. — 1991. — № 4. — С. 28—29.
5. Служба огнеупоров из диоксида циркония в печах непрерывного действия для плавки кварцевого стекла / [Караулов А. Г., Пащенко Н. В., Лисов В. И., Васильев Ю. И.] // Огнеупоры. — 1994. — № 2. — С. 25—28.
6. Химическая технология керамики и огнеупоров / [Будников П. П., Балквич В. Л., Бережной А. С. и др.]. — М. : Стройиздат, 1972. — 552 с.
7. *Попильский Р. Я.* Прессование керамических порошков / Р. Я. Попильский, Ф. В. Кондрашев. — М. : Металлургия, 1968. — 272 с.
8. *Кайнарский И. С.* Процессы технологии огнеупоров. Теоретические основы производства огнеупорных изделий / И. С. Кайнарский. — М. : Металлургия, 1969. — 352 с.
9. *Стрелов К. К.* Теоретические основы огнеупорных материалов / К. К. Стрелов. — М. : Металлургия, 1985. — 480 с.
10. Исследование подвижности кварцеглиноземистых масс при прессовании / [Примаченко В. В., Иващенко Т. В., Питак Н. В.] // Новые виды огнеупоров и эффективность их применения : тематич. сб. науч. тр. — М. : Металлургия, 1984. — С. 44—47.

*Рецензент канд. техн. наук Дуников А. В.*