

*Канд. техн. наук П. А. Кущенко,  
д-р техн. наук В. В. Примаченко, канд. техн. наук И. Г. Шулик,  
канд. техн. наук Ю. Е. Мишинева, канд. техн. наук К. И. Кущенко,  
канд. техн. наук Ю. А. Крахмаль  
(АО «УкрНИИО имени А. С. Бережного», г. Харьков, Украина)*

## **Зависимость свойств корундооксидцирконийсиликатных огнеупоров от влажности массы и давления прессования**

### **Введение**

В верхнем строении стекловаренных печей и фидеров установок производства стекловолокна из бесщелочного алюмоборосиликатного стекла «Е» применяют корундооксидцирконийсиликатные огнеупоры, характеризующиеся высокими огнеупорностью, термостойкостью, а также способностью длительное время противостоять коррозионному и эрозионному воздействию компонентов стекольной шихты и расплава стекла при температуре 1550—1700 °С. В АО «УкрНИИО имени А. С. Бережного» разработаны и изготавливаются методами полусухого прессования и вибролитья высокоогнеупорные корундооксидцирконийсиликатные изделия марки КЦС с массовой долей  $Al_2O_3 \geq 89\%$ ,  $ZrO_2$  в пределах 4—7% в виде кирпича, плит, бруса, зуба подвесной стены, горелочных фурм, успешно используемые на протяжении многих лет для футеровки верхнего строения установок производства стекловолокна из стекла «Е» [1, 2].

Изготовление прессованных огнеупорных изделий с максимальной кажущейся плотностью в значительной степени зависит от выбора оптимальных технологических параметров их формования, прежде всего влажности массы и удельного давления прессования [3—6]. Вместе с тем, оптимальные влажность массы и удельное давление прессования должны быть установлены для каждой конкретной массы с ее индивидуальным компонентным, зерновым, химическим и минералогическим составами, обеспечивающими максимально возможную для данной массы кажущуюся плотность как свежеформованных и высушенных, так и обожженных изделий [7—11].

С целью дальнейшего совершенствования технологии корундооксидцирконийсиликатных огнеупоров выполнены исследования влияния влажности массы и удельного давления прессования на основные показатели их свойств.

### Экспериментальная часть

При проведении исследований для изготовления образцов использовали шихты, в которых зернистой составляющей являлся электроплавленный корунд с максимальным размером зерен 2,0 мм, изготовленный в АО «УкрНИИО имени А. С. Бережного», характеризующийся открытой пористостью 15,7—16,1 %, кажущейся плотностью 3,21—3,23 г/см<sup>3</sup>, водопоглощением 4,9—5,0 %; глинозем ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и цирконовый концентрат. В качестве временной связки применяли раствор технического лигносульфоната.

Химический состав исходных материалов приведен в табл. 1, а их фазовый состав по данным петрографического анализа — в табл. 2. Как следует из табл. 1 и 2, все исходные материалы характеризуются высоким содержанием основных компонентов и содержат незначительное количество примесей.

Таблица 1

Химический состав исходных материалов

Наименование материала	Массовая доля, %							
	ZrO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	$\Delta m_{\text{прк}}$
Электроплавленный корунд <sup>*)</sup>	— <sup>**)</sup>	—	0,08	99,60 <sup>***)</sup>	0,04	—	0,24	0,04
Глинозем <sup>*)</sup>	—	—	0,02	99,75 <sup>***)</sup>	0,01	0,01	0,19	0,02
Цирконовый концентрат	65,30	0,06	32,30	1,51	0,09	0,51	—	0,23

<sup>\*)</sup> Массовая доля оксидов определена с помощью спектрального анализа.

<sup>\*\*)</sup> Здесь и далее в таблице массовая доля данного компонента либо не нормируется, либо ее не определяли.

<sup>\*\*\*)</sup> Массовую долю Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> вычисляли как разность между 100 % и массовой долей остальных компонентов.

Таблица 2

Фазовый состав исходных материалов

Наименование материала	Фазовый состав, %
Электроплавленный корунд	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 93—95 %, щелочной $\beta$ -глинозем ~ 5—7 %
Глинозем	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 97—98 %, щелочной $\beta$ -глинозем ~ 2—3 %, гидратных и переходных форм глинозема нет
Цирконовый концентрат	ZrSiO <sub>4</sub> ~ 98—99 %, дистен ~ 1—2 %

Для проведения исследований влияния влажности массы в интервале от 2,0 до 4,0 % и удельного давления прессования (75, 100, 125 Н/мм<sup>2</sup>) на основные показатели свойств корундооксидцирконийсиликатных огнеупоров изготавливали образцы-кубы с ребром 40 мм на гидравлическом прессе. Обжиг высушенных образцов проводили в периодической камерной печи опытного производства при температуре 1580 °С с выдержкой 8 ч в окислительной (воздушной) атмосфере.

Влажность масс для изготовления образцов определяли по ГОСТ 28584—90, водопоглощение, открытую пористость, кажущуюся плотность электроплавленного корунда и обожженных образцов определяли по ДСТУ ISO 5017:2014, предел прочности при сжатии образцов — по ГОСТ 4071.1—94 (ISO 10059-1-92). Термостойкость образцов определяли в соответствии с ГОСТ 7875.2—94 по режиму 950 °С — вода.

## Результаты и их обсуждение

Результаты исследования влияния влажности массы и давления прессования на кажущуюся плотность свежеформованного и высушенного сырца и основные показатели свойств после обжига при температуре 1580 °С образцов корундооксидцирконийсиликатных огнеупоров приведены на рис. 1 и 2.

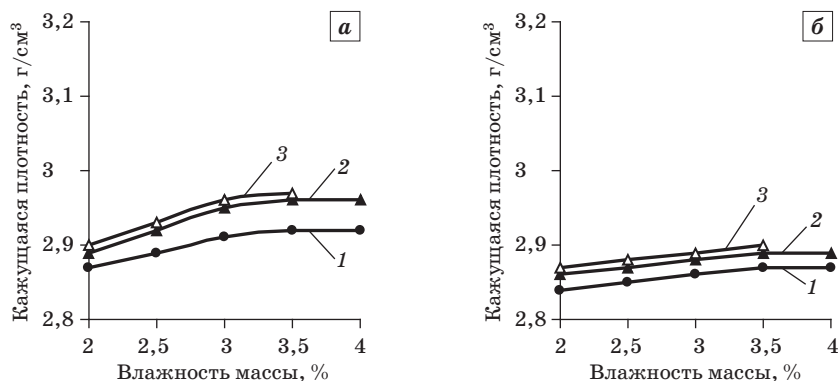


Рис. 1. Зависимость кажущейся плотности свежеформованного (а) и высушенного (б) сырца от влажности корундооксидцирконийсиликатной массы и удельного давления прессования:

1 — давление прессования 75 Н/мм<sup>2</sup>; 2 — давление прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>; 3 — давление прессования 125 Н/мм<sup>2</sup>

Как показало исследование, в интервале влажности массы 2,0—4,0 % с увеличением удельного давления прессования от 75

до 100 и 125 Н/мм<sup>2</sup> кажущаяся плотность свежеформованного и высушенного сырца, а также кажущаяся плотность и предел прочности при сжатии обожженных образцов возрастают, достигая максимума при влажности массы 3,5 %. Соответственно открытая пористость обожженных образцов при указанных значениях удельного давления прессования и влажности массы уменьшается, достигая минимального значения при влажности массы 3,5 %. Это свидетельствует о формировании более плотной структуры образцов. Для образцов, спрессованных при удельном давлении 75 и 100 Н/мм<sup>2</sup>, увеличение влажности массы от 3,5 до 4,0 % не способствует дальнейшему увеличению кажущейся плотности свежеформованного и высушенного сырца, а также кажущейся плотности и предела прочности при сжатии обожженных образцов. Увеличение удельного давления прессования до 125 Н/мм<sup>2</sup> при влажности массы 4,0 % приводит к появлению перепрессовочных трещин. Соответственно изменяется открытая пористость обожженных образцов. Линейная усадка при обжиге у всех образцов равна 0,44—0,49 %, термостойкость образцов составляет более 20 теплосмен по режиму 950 °С — вода.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что при изготовлении корундооксидцирконийсиликатных изделий марки КЦС методом полусухого прессования оптимальная влажность массы составляет 3,5 %, а оптимальное удельное давление прессования — 100 Н/мм<sup>2</sup>. При таких параметрах прессования получены образцы, характеризующиеся высокими значениями кажущейся плотности свежеформованного (2,96 г/см<sup>3</sup>) и высушенного (2,89 г/см<sup>3</sup>) сырца и показателей свойств после обжига: кажущейся плотности 3,1 г/см<sup>3</sup>, открытой пористости 21 %, предела прочности при сжатии 75 Н/мм<sup>2</sup>, термостойкости по режиму 950 °С — вода — более 20 теплосмен.

## Заключение

Проведены исследования влияния влажности массы и удельного давления прессования на кажущуюся плотность сырца и основные показатели свойств обожженных при температуре 1580 °С, выдержке 8 ч образцов корундооксидцирконийсиликатных огнеупоров.

Установлены оптимальные значения влажности корундооксидцирконийсиликатной массы (3,5%) и удельного давления прессования (100 Н/мм<sup>2</sup>), которые обеспечивают получение огнеупоров, характеризующихся высокими значениями кажущейся

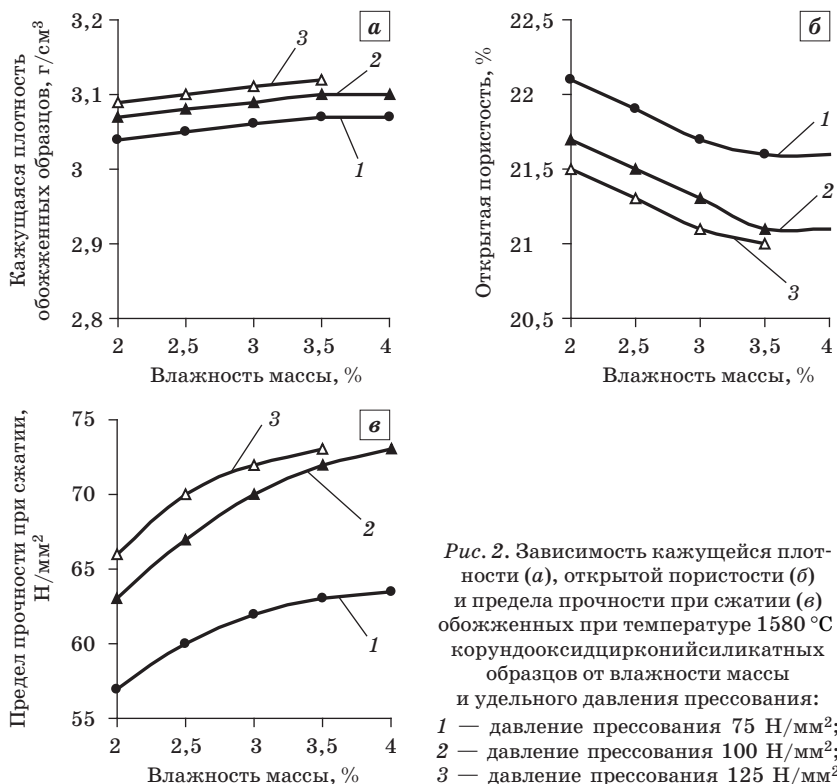


Рис. 2. Зависимость кажущейся плотности (а), открытой пористости (б) и предела прочности при сжатии (в) обожженных при температуре 1580 °С корундооксидцирконийсиликатных образцов от влажности массы и удельного давления прессования: 1 — давление прессования 75 Н/мм<sup>2</sup>; 2 — давление прессования 100 Н/мм<sup>2</sup>; 3 — давление прессования 125 Н/мм<sup>2</sup>

ся плотности свежеформованного (2,96 г/см<sup>3</sup>) и высушенного (2,89 г/см<sup>3</sup>) сырца и показателей свойств после обжига: кажущейся плотности 3,1 г/см<sup>3</sup>, открытой пористости 21 %, предела прочности при сжатии 75 Н/мм<sup>2</sup>, термостойкости по режиму 950 °С — вода — более 20 теплосмен.

Полученные результаты использованы при изготовлении корундооксидцирконийсиликатных изделий для стекловаренной печи промышленной установки производства стекловолнока из стекла «Е».

### Библиографический список

1. А. с. 660962 СССР, М. Кл. 2 С04 В 35/10. Шихта для изготовления огнеупорного материала / И. Г. Орлова, А. И. Гудилина; заявитель Украинский научно-исследовательский институт огнеупоров. № а 2518838/29-33; заявл. 29.08.77; опубл. 05.05.79, Бюл. № 17.

2. Исследование влияния зернового состава шихты на свойства корундооксидцирконийсиликатных и корундохромоксидцирконийсиликатных огнеупоров /

В. В. Примаченко и др. *Научные исследования по огнеупорам и технической керамике : сб. науч. тр.* Харьков : АТ «УкрНДІВ імені А. С. Бережного», 2018. № 118. С. 16—25. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.118.02>.

3. *Химическая технология керамики и огнеупоров* / П. П. Будников, В. Л. Балкевич, И. А. Булавин и др.; под общ. ред. П. П. Будникова и Д. Н. Полубойарнова. Москва : Стройиздат, 1972. 553 с.

4. Кайнарский И. С. Процессы технологии огнеупоров. Теоретические основы производства огнеупорных изделий. Москва : Металлургия, 1969. 352 с.

5. Попильский Р. Я., Кондрашев Ф. В. Прессование керамических порошков. Москва : Металлургия, 1968. 272 с.

6. Бережной А. С. Некоторые вопросы теории прессования огнеупоров. *Сб. науч. тр. Всесоюз. науч.-исследоват. ин-та огнеупоров.* Харьков : Металлургиздат, 1956. Вып. I (XLVIII). С. 276—301.

7. Примаченко В. В., Иващенко Т. В., Питак Н. В. Исследование подвижности кварцеглиноземистых масс при прессовании. *Новые виды огнеупоров и эффективность их применения : темат. сб. науч. тр.* Москва : Металлургия, 1984. С. 44—47.

8. Исследование пресуемости масс из стабилизированного диоксида циркония в зависимости от их влажности и давления прессования / В. В. Примаченко и др. *Зб. наук. пр. ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО».* Харків : ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО», 2015. № 115. С. 16—22.

9. Влияние влажности и давления прессования на пресуемость хромксидных масс / В. В. Примаченко и др. *Зб. наук. пр. ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО».* Харків : ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО», 2015. № 115. С. 30—36.

10. Исследование пресуемости низкоцементной корундовой бетонной массы с добавкой оксида хрома в зависимости от влажности и давления прессования / В. В. Примаченко и др. *Зб. наук. пр. ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО».* Харків : ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО», 2017. № 117. С. 84—93. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.117.08>.

11. Исследование влияния влажности и давления прессования на пресуемость массы из диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, и свойства образцов из нее / В. В. Примаченко и др. *Научные исследования по огнеупорам и технической керамике : сб. науч. тр.* Харьков : АТ «УкрНДІВ імені А. С. Бережного», 2018. № 118. С. 26—33. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.118.03>.

### References (transliterated):

1. Ukrainskiy nauchno-issledovatel'skiy institut ogneuporov [The Ukrainian research institute of refractories]. *Shikhta dlya izgotovleniya ogneupornogo materiala* [Batch for manufacturing of refractory material]. Inventors: Orlova I. G., Gudilina A. I. Appl: 1977-08-29, no. a 2518838/29-33; publ: 1079-05-05, Bull. no. 17. IPC C04 B 35/10. Certificate of authorship the USSR no. 660962 (in Russian).

2. Martynenko V. V., Primachenko V. V., Shulyk I. G., Mishnyova Yu. Ye., Kushchenko K. I., Krakhmal Yu. O. Issledovaniye vliyaniya zernovogo sostava shikhty na svoystva korundooksid-tsirkoniysilikatnykh i korundokhromoksidtsirkoniysilikatnykh ogneuporov [Research of grain composition batch influence on alumina-zirconium silicate and alumina-chromia-zirconium silicate refractories properties]. *Nauchnye issledovaniya po ogneuporam i tekhnicheskoy keramike: sb. nauch. tr.* [Scientific Researches on Refractories and Technical Ceramics : Coll. Sci. Proc.]. Kharkiv, AT "UkrNDIV imeni A. S. Berezhnogo" Publ., 2018, no 118, pp. 16—25. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.118.02> (in Russian).

3. Budnikov P. P., Balkevich V. L., Bulavin I. A., Poluboyarinov D. N., Berezhnoy A. S., Kukolev G. V., Popilsky R. Ya. *Khimicheskaya tekhnologiya keramiki*

*i ogneporov* [Chemical Technology of Ceramics and Refractories]. Moscow, Stroyizdat Publ., 1972. 553 p. (in Russian).

4. Kaynarsky I. S. *Protsessy tekhnologii ogneporov. Teoreticheskiye osnovy proizvodstva ognepornykh izdeliy* [Refractory technology processes. Theoretical basis of refractory products production]. Moscow, Metallurgiya Publ. [Metallurgy], 1969. 352 p. (in Russian).

5. Popilsky R. Ya., Kondrashev F. V. *Pressovaniye keramicheskikh poroshkov* [Ceramic powder pressing]. Moscow, Metallurgiya Publ. [Metallurgy], 1968. 272 p. (in Russian).

6. Berezhnoy A. S. Nekotoryye voprosy teorii pressovaniya ogneporov [Some questions of refractories pressing theory]. *Sb. nauch. tr. Vsesoyuzn. nauch.-issledovat. in-ta ogneporov* [Coll. Sci. Proc. All-Union research Institute of refractories]. Kharkiv, Metallurgizdat Publ., 1956, issue I (XLVIII). pp. 276—301. (in Russian).

7. Primachenko V. V., Ivashchenko T. V., Pitak N. V. Issledovaniye podvizhnosti kvartseglinozemistykh mass pri pressovanii [Research of quartz-alumina masses mobility during pressing]. *Novyye vidy ogneporov i effektivnost' ikh primeneniya : temat. sb. nauch. tr.* [New types of refractories and effectiveness of their application : Thematic Coll. Sci. Proc.]. Moscow, Metallurgiya Publ. [Metallurgy], 1984. pp. 44—47 (in Russian).

8. Primachenko V. V., Martynenko V. V., Shulik I. G., Galchenko T. G., Protsak E. B., Belik L. V. Issledovaniye pressuyemosti mass iz stabilizirovannogo dioksida tsirkoniya v zavisimosti ot ikh vlazhnosti i davleniya pressovaniya [Compressibility research of mixes from stabilized zirconia dependence on their moisture and compacting pressure]. *Zb. nauk. pr. PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO"* [Coll. Sci. Proc. of PJSC "THE URIR NAMED AFTER A. S. BEREZHNOY"]. Kharkov, PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO" Publ., 2015, no. 115, pp. 16—22 (in Russian).

9. Primachenko V. V., Martynenko V. V., Kryvoruchko P. P., Mishnyova Yu. Ye., Synyukova O. I. Vliyaniye vlazhnosti i davleniya pressovaniya na pressuyemost' khromoksidnykh mass [Influence of moisture and pressing pressure on compressibility of chromic oxide masses]. *Zb. nauk. pr. PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO"* [Coll. Sci. Proc. of PJSC "THE URIR NAMED AFTER A. S. BEREZHNOY"]. Kharkov, PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO" Publ., 2015, no. 115, pp. 30—36 (in Russian).

10. Primachenko V. V., Shulik I. G., Galchenko T. G., Protsak E. B., Belik L. V. Issledovaniye pressuyemosti nizkotsementnoy korundovoy betonnoy massy s dobavkoy oksida khroma v zavisimosti ot vlazhnosti i davleniya pressovaniya [Investigation of the compressibility of low-cement corundum castable with the addition of chromium oxide depending on moisture and pressing pressure]. *Zb. nauk. pr. PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO"* [Coll. Sci. Proc. of PJSC "THE URIR NAMED AFTER A. S. BEREZHNOY"]. Kharkov, PAT "UKRNDI VOGNETRYVIV IM. A. S. BEREZHNOGO" Publ., 2017, no. 117, pp. 84—93. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.117.08> (in Russian).

11. Primachenko V. V., Shulik I. G., Galchenko T. G., Protsak E. B., Belik L. V. Issledovaniye vliyaniya vlazhnosti i davleniya pressovaniya na pressuyemost' massy iz dioksida tsirkoniya, stabilizirovannogo oksidom itriya, i svoystva obraztsov iz neye [The influence investigation of moisture and pressure on the compressibility of mass from zirconia stabilized by yttrium oxide and the properties of samples from it]. *Nauchnye issledovaniya po ogneporam i tekhnicheskoy keramike: sb. nauch. tr.* [Scientific Researches on Refractories and Technical Ceramics : Coll. Sci. Proc.]. Kharkiv, AT "UkrNDIV imeni A. S. Berezhnogo" Publ., 2018, no 118, pp. 26—33. <https://doi.org/10.35857/2663-3566.118.03> (in Russian).

*Рецензент канд. техн. наук. Гальченко Т. Г.*