

Изследване влиянието на някои параметри при формуване на алуминиев оксид чрез изостатично пресуване

Снежана Корудерлиева, Петко Танев, Иван Чомаков

Study of the effects of some parameters on cold isostatic pressing of alumina: The influence of some parameters on the green density of samples made by cold isostatic pressing of alumina has been studied. The optimum quantities of binders and the initial humidity of the starting material were established. The dependence between the type, shape and the size of the particles, and the green density of the product was evaluated.

The most appropriate material for preparing an elastic matrix for isostatic pressing was determined and the correlation between the green and the apparent density was established.

Key words: forming, isostatic pressing, alumina

ВЪВЕДЕНИЕ

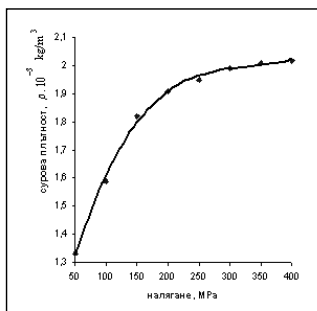
Методът на формуване чрез изостатично пресуване има съществен дял в уплътняването на неметални (керамични) и метални праховидни материали. В научната и патентна литература има редица публикации [1-4] касаещи изостатичното пресуване, като метод за формуване на керамични прахове. В сравнение с конвекционалните методи на формуване, изделията получени по този начин на пресуване притежават по-висока якост, равномерно разпределена в целия обем плътност, изотропност на механичните свойства, запазва се чистотата на изходната суровина. Ролята на изостатичното пресуване в съвременната керамична технология и праховата металургия непрекъснато нараства. Във връзка с темповете на развитие на съвременната техника и усъвършенстването на технологията на изостатичното пресуване, този метод ще намира все по-широко приложение в техническата керамика.

ИЗЛОЖЕНИЕ

Като изходна суровина за настоящия експеримент е използван $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ с чистота 99,9mass.% и едрина на частиците $< 1\mu\text{m}$; специфична повърхност по BET - $3,9 \cdot 10^3 \text{m}^2/\text{kg}$., като преобладаващият размер на агрегатите е 5-20 μm .

Променливите параметри в процеса на изостатично пресуване са: стойност на приложеното налягане, скорост на повишаване и понижаване на налягането, време на задръжка при дадено налягане, фракционен състав на преспраха, влагосъдържание, вид на еластичната матрица и др.

Изследвано е влиянието на пресовия натиск върху плътността на сурово на образци от $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ пресувани в интервал 50-400MPa, през 50MPa. Получените данни са представени на Фиг.1.



Фиг.1. Зависимост налягане на пресуване – плътност на сурово

От графиката се вижда, че с повишаване на приложеното налягане привидната плътност расте, като при 400 МПа достига стойност 52,5% от теоретичната плътност. Установено е, че в интервала 50-150 МПа, зависимостта има линеен характер. Плътността рязко се покачва, вследствие на преместването и преподреждането на агрегатите $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ едни спрямо други. В интервал 150-300 МПа, плътността все още се увеличава, но зависимостта вече не е линейна. Тази част от кривата се лимитира от фрагментирането, раздробяването на агрегатите и запълване на относително големите пори в тях. При 300-400 МПа суровата плътност се покачва незначително. Това се дължи на значителната твърдост на частиците $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, затрудняваща тяхното по-нататъшно преместване и уплътняване на материала.

Изследвано е влиянието на фракционния състав и гранулометрията на преспраховете върху плътността на сурово на формуваните изделия. Гранулира-нето на преспраховете се извършва предимно с цел да се подобри тяхната течливост, водеща до едно по-добро уплътняване. При формуване на прахове с големи гранули, за достигане на определена плътност се изисква по-високо пресова налягане. При праховете с малки гранули, трудно се отстранява въздухът, затворен между тях, поради което не е възможно получаване на изделие с висока плътност. Възможно е и напукване на изделието след пресуване. Гранулирането на праховете е извършено по два начина: пресуване на материала под формата на брикети с последващо притриване върху сито и чрез разбъркване на преспраха с бъркалка при определени обороти и времетраене. Гранулите получени по първия начин са с неправилна форма, а по втория са с овална, доближаваща се до сферичната. Като свързващо вещество в процеса на гранулиране се използва 4mass.% ПВА.

Разпределението на гранулите по размер е установено чрез ситов анализ. За гранулата, получен чрез притриване, лимитираща фракция е тази с размер на гранулите 0,3-0,2 mm (48,7mass.%) и 0,1-0,2 mm (36,8mass.%). За гранулата, получен чрез разбъркване, преобладаващите фракции са същите-съответно 45,6mass.% и 31,5 mass.%.

С цел изследване влиянието на фракционния състав върху плътността на сурово са формувани опитни образци при налягане 200 МПа и влажност на преспраха 6,6 mass.%. И при двата вида гранулати най-висока плътност на сурово се получава при формуване на маси изготвени с участието на всички преобладаващи фракции. Следователно, отделните фракции като чисти такива, нямат лимитиращо значение. Стойността на получената плътност на суровите образци за гранулат, получен чрез разбъркване, е по-висока (съответно $2,23 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$) от тази за гранулат получен чрез притриване ($1,93 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$).

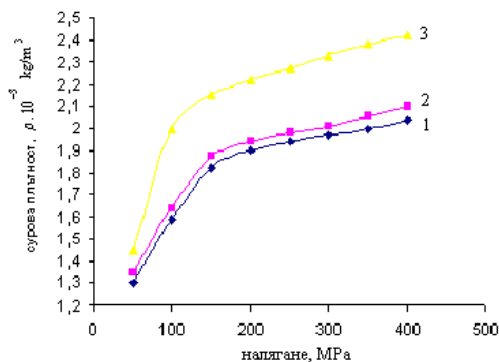
Наблюденията на електронен микроскоп показват, че получените чрез притриване гранули са с неправилна форма, докато тези, получени чрез разбъркване, имат овална, много близка до сферичната форма.

Изходният $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и получените от него гранулати са охарактеризирани по отношение на насипна и вибрационна плътност: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ съответно 0,396 и $0,523 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^3$; гранулат (притриване) - 0,435 и $0,615 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^3$; гранулат (чрез разбъркване) - 0,750 и $0,881 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^3$. Гранулатът с форма близка до сферичната води до най-добро предварително уплътняване, осигуряващо по-висока плътност на сурово.

Изследвано е влиянието на вида на гранулите върху плътността на сурово, като опитните образци са пресувани в диапазон 50 – 400 МПа. Получените данни са представени на Фиг.2. Вижда се, че с повишаване на налягането, плътността и за трите маси нараства. В интервал на налягане 50-

150 МРа, зависимостта налягане – плътност на сурово има линеен характер. Наблюдава се рязко увеличаване на суровата плътност, като при 150 МРа, крива (2) достига 45,8% от теоретичната плътност. При кривата, характеризираща гранулата чрез разбъркване (3), се наблюдава много стръмен ход в интервал 50-100 МРа, като същата лежи значително по-високо от другите две. При налягане 100 МРа се постига плътност на суровия образец 50,1% от теоретичната, докато за гранулати (1 и 2), тази плътност се достига при налягане 300 МРа. Получената висока плътност на сурово е в съответствие с почти сферичната форма на гранулата и съответно по-високите насипна и вибрационна плътност.

Алуминиевият оксид е непластичен материал, което налага използването на временна технологична свързка (ВТС) при пресуването му. Изборът на вида и количеството ѝ са определени в зависимост от достигнатата сурова плътност на образци пресувани при 200 МРа. Използвани са следните ВТС : разтвор на поливинилов алкохол във вода; разтвор на естествен каучук в бензин; разтвор на полиизобутилен в ксилол; разтвор на полиетиленгликол във вода; разтвор на карбамид метил целулоза във вода; разтвор на 1500 моностеарат във вода.



Фиг.2. Зависимост на плътността на сурово от вида на преспраха

1- α-Al₂O₃; 2- гранулат – притриване; 3- гранулат -чрез разбъркване

Проведеният експеримент показва, че най-висока плътност на сурово притежават образците, пластифицирани с 8%-ен воден разтвор на ПВА, внесен в количество 4 mass.%.

Експериментът за проследяване зависимостта влагосъдържание – плътност на сурово е проведен при налягане 250 МРа, тъй като при него все още има ефективно покачване на плътността. От Фиг.1 се вижда, че при налягане 250 МРа относителната плътност достига 48,8%, а при 400 МРа съответно 51,4%, т.е. повишаването на пресовото налягане над 250 МРа е неоправдано. Установено е, че с нарастване на влагосъдържанието, нараства и плътността на сурово. От 0,3mass.% до 9,7mass.% влага в гранулата плътността непрекъснато расте. В интервал 9,7 – 12,5mass.% влага се наблюдава едно незначително нарастване на плътността. При непластични материали, какъвто е α-Al₂O₃, се създава една стабилна пространствена мрежа, способна да включи по-голям процент вода в затворените пори, без особено да влияе на плътността. Следователно, оптималното влагосъдържание на гранулирания преспрах е около 6 - 7 mass.%, при което плътността на сурово при налягане от 250 МРа достига 52,1%. Повишаване влагосъдържанието над 7

mass.% не е необходимо, тъй като не води до значително увеличаване на суровата плътност.

За проследяване влиянието на плътността на сурово върху привидната плътност на изпечените образци експериментът е проведен при температура на изпичане 1550⁰C със изотермична задръжка от 1час. Зависимостта привидна плътност – сурова плътност е проследена за α -Al₂O₃ и двата вида гранулати. И за трите материала се наблюдава рязко покачване на привидната плътност до налягане 150 МРа, аналогично на изменението на суровата плътност. От 200 до 400 МРа изменението на привидната плътност е плавно. За α -Al₂O₃ и гранулат чрез притриване при налягане 150 МРа стойностите на получените привидни плътности са съответно 85,1% и 88,2%. За гранулата чрез разбъркване още при 100МРа плътността достига 92,7%. Това потвърждава факта, че високата плътност на сурово води съответно да по-висока плътност на изпечените образци.

Друг фактор, оказващ съществено влияние върху плътността на сурово при изостатичното пресуване е формата и материала на еластичната матрица. Чрез нея се предава пресовия натиск върху гранулата. Важен фактор е изработването на еластична матрица с най-подходяща форма , необходима за дадено изделие, както и самият материал (еластичност, якост на скъсване и др.) от който е изработена матрицата. Изработени са контейнери (форми) за изостатично пресуване от различни материали: хлоропренов каучук; нитрилна гума; протекторна смес; каучуков вулканизат за мембрани; каучукова смес за спойка. Изследванията са проведени с гранулиран чрез разбъркване α -Al₂O₃, с влажност 6,6% , пластифициран с 4% ПВА внесен под формата на 8%-ен воден разтвор, при налягане 200 МРа.Най-висока плътност на сурово се получава когато за матрица се използва каучуков материал – протекторна смес. При сравнително ниско за изостатичното пресуване налягане от 200 МРа , с използване на такава матрица се достига 55,8% относителна плътност. Експериментът показва, че колкото е по-висока твърдостта по Шор на материала за матрица, толкова по-малка е стойността на суровата плътност.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Извършените изследвания, получените резултати, както и натрупания практически опит ни дават основание да направим следните изводи:

- при прилагане на изостатично пресуване за формуване на изделия от α -Al₂O₃, най-ефективно е използването на гранулат с форма близка до сферичната
- формирането на сферичните гранули се осъществява при влажност 6-7 mass.%, с технологична свързка 4 mass.% ПВА внесен под формата на 8%-ен воден разтвор
- за постигане на относителна плътност 95% са необходими следните условия: пресов натиск от 200 МРа и температура на изпичане 1550⁰C

ЛИТЕРАТУРА

1. Liu Z.F., J.Z.Chang at al , Journal of High Pressure Physics , 2007,21,2, 129-135
2. Lu T.C., X.H.Chang at al, Applied Physics Letters, 2006,88,21,213-220
3. Gu Y.,R.J.Henderson,K.W.Chandler, Journal of the European Ceramic Society, 2006,26,12,1265-2272
4. Jug K.,B.Heidberg at al, Journal of the American Ceramic Society, 2008,91,4,1207-1213

За контакти:

Доц. д-р Снежана Корудерлиева, Катедра „Технология на водата, неорганичните вещества и силикатите“, Университет „Проф. д.р Асен Златаров“ – Бургас, тел:056 858 262, e-mail : sneko@ abv.bg

Докладът е рецензиран.