

β -Sialon 对刚玉质 耐火材料性能影响的研究

洪艳萍¹⁾ 郭玉香²⁾ 葛诗文³⁾

(1. 中冶焦耐工程技术有限公司, 鞍山 114002;
2. 辽宁科技大学高镁学院, 鞍山 114051; 3. 鞍钢维苏威耐火材料有限公司, 鞍山 114021)

摘要: 在刚玉质耐火材料的基质中引入硅粉和铝粉, 通过原位氮化反应形成 β -Sialon, 并制备 β -Sialon 结合刚玉复相材料。研究了 β -Sialon 生成量对材料的物理性能、力学性能、热震稳定性等性能的影响。用 XRD 和 SEM 分析了材料的物相组成和显微结构。

关键词: 刚玉质耐火材料; β -Sialon; 性能

中图分类号: TQ175.12 **文献标识码:** A **文章编号:** 1673-7792 (2011) 03-0005-03

Study on effect of β -Sialon on corundum based refractory property

Hong Yanping¹⁾ Guo Yuxiang²⁾ Ge Shiwen³⁾

(1. ACRE Coking & Refractory Engineering Consulting Corporation, MCC, Anshan 114002, China;
2. School of High-temperature Material and Magnesium Resource Engineering of Liaoning University of Science and Technology, Anshan 114051, China; 3. Vesuvius Refractory Co., Ltd. of Ansteel, Anshan 114021, China)

Abstract: Silicon powder and aluminum powder are added into the matrix of corundum based refractory, β -Sialon is formed through in-situ nitrogenizing reaction and it is used to prepare β -Sialon bonded composite phase material. The effect of β -Sialon formed amount on the physical property, mechanical property, thermal shock resistance and so on of the material is studied. The phase composition and microstructure of the material are analyzed by XRD and SEM.

Key words: Corundum based refractory; β -Sialon; Property

刚玉具有熔点高、硬度大、机械性能优良、化学性能稳定、耐侵蚀性好等优点, 但其缺点是脆性, 膨胀系数大, 因而抗热震性能差^[1-2]。 β -Sialon 具有热震稳定性好、高温强度高以及难于被金属润湿等优点^[3-5]。综合考虑 β -Sialon 和刚玉的性能, 通过复合材料性能裁剪设计的方法, 将 β -Sialon 引入刚玉中制成综合性能优良的 β -Sialon 结合刚玉复相材料, 同时探讨了 β -Sialon 对此复相材料的物理性能、力学性能、热震稳定性等性能的影响。

1 实验过程

1.1 原料

本实验所用主要原料为棕刚玉、 α - Al_2O_3 细粉、硅粉、铝粉、广西黏土。各原料主要化学成分见表 1。

1.2 试样制备

本实验制备的 1#~4# 试样 β -Sialon (Si 粉、 α - Al_2O_3 、Al 粉) 添加量分别为 0、10%、20%、30%。试样配方见表 2。

收稿日期: 2011-01-28

作者简介: 洪艳萍 (1970-), 女, 高级工程师

表1 原料的主要化学成分/%

原料	Al ₂ O ₃	Si	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO+MgO	K ₂ O+Na ₂ O	Al
棕刚玉	95.31	-	0.80	3.42	0.39	0.346	0.085	-
α-Al ₂ O ₃	>99.00	-	-	-	-	-	-	-
硅粉	-	96.06	-	-	1.18	-	-	-
铝粉	-	-	-	-	-	-	-	98.8
广西黏土	36.70	-	45.30	1.92	2.06	1.53	1.36	-

表2 试样配料/%

试样编号	棕刚玉/% (3~1mm)	棕刚玉/% (1~0mm)	棕刚玉/% (<0.088mm)	Si /%	α-Al ₂ O ₃ /%	Al /%	广西黏土 /%
1 [#]	45	10	42	0	0	0	3
2 [#]	45	10	32	4.4	4.5	1.2	3
3 [#]	45	10	22	8.7	8.9	2.4	3
4 [#]	45	10	12	13.1	13.4	3.5	3

各配方以纸浆废液作为结合剂，混合均匀后，在300MPa的压力下压制成φ50mm×50mm试样。在烘箱中于110℃下干燥24h。

试样的氮化烧结是在以硅钼棒为发热体的管式氮化炉内进行的，炉内气氛为流动氮气，流量为200mL·min⁻¹。升温过程如下：<200℃，手动；200~600℃，4℃·min⁻¹；600~700℃，2℃·min⁻¹；700℃保温2h；700~1000℃，3℃·min⁻¹；1000~1500℃，2℃·min⁻¹；1500℃下保温3h。

1.3 试样性能检测及结果

根据GB2997-82检测各试样的显气孔率、体积密度，根据GB5072-85检测各试样的常温耐压强度。

试样放入100℃恒温加热炉内保温20min，取出后风冷至室温。经过5次急冷急热后，再检测各试样的常温耐压强度，算出各试样的常温耐压强度损失率，评价各试样的热震稳定性。强度损失率越小，热震稳定性就越好。

试样各项性能检测结果见表3。

表3 试样性能检测结果

试样编号	显气孔率/%	体积密度/(g·cm ⁻³)	常温耐压强度/MPa	热震前后强度损失率/%
1 [#]	13.4	3.21	101	52.4
2 [#]	13.9	3.17	105	28.2
3 [#]	14.0	3.12	117	22.5
4 [#]	15.7	3.01	56	27.3

2 结果分析

2.1 β-Sialon含量对物理性能的影响

随着β-Sialon含量的增加，试样的显气孔率逐渐增大，体积密度逐渐变小，这是由于β-Sialon的体积密度小，氮化反应过程中容易有气体挥发的缘故。由于增加β-Sialon的含量会使制品体积密度下降、气孔率增加，因此β-Sialon的加入量必须适当。如图1所示。

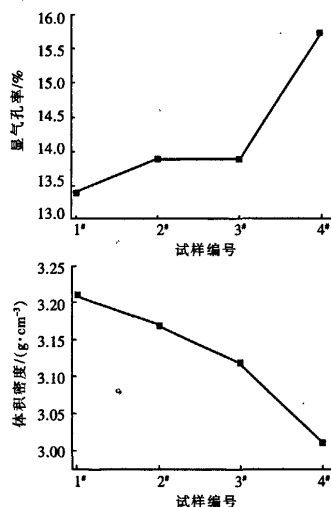


图1 β-Sialon含量对试样显气孔率和体积密度的影响

2.2 β-Sialon含量对耐压强度的影响

当β-Sialon的加入量由0%增加到20%时，试样的耐压强度逐渐增加。这是因为随着β-Sialon含量的增多，柱状的结合物相贯穿并附着在刚玉的表面，使刚玉颗粒之间的结合更加密实，试样本身也趋于烧结，所以耐压强度增加。但当β-

Sialon结合相含量由20%增加到30%时,强度出现下降的趋势,这是由于配料中的细粉量过多,试样紧密堆积程度受到破坏而影响了其整体性能。另外,β-Sialon结合相含量过多会使试样内部产生的微裂纹增加,影响材料的致密性。在本实验条件下,β-Sialon的最佳加入量为20%。如图2所示。

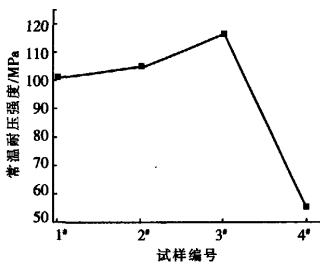


图2 β-Sialon含量对试样耐压强度的影响

2.3 β-Sialon含量对热震稳定性的影响

没有添加β-Sialon的1*试样强度损失率最大,而添加β-Sialon的3个试样的强度损失率明显小于1*试样。这说明在刚玉材料中引入β-Sialon可显著提高其热震稳定性。如图3所示。

由于刚玉的热膨胀系数较大,而且刚玉晶体在高温下易于快速生长,所以纯刚玉制品的热震稳定性较差。而β-Sialon热膨胀系数较小,在刚玉材料的基质中引入第二相β-Sialon降低了试样整体的热膨胀系数。热膨胀系数小的材料,在温度急变时,内部具有较小的热应力,热震稳定性相对较好。另外,在刚玉制品的基质中合成β-

Sialon,利用了耐火制品颗粒和基质热膨胀系数不一致的特性,造成了制品内部各相的热膨胀失配,使其内部产生微裂纹,通过微裂纹增韧提高材料的断裂韧性,从而提高了材料的热震稳定性。

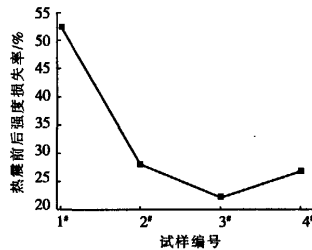


图3 β-Sialon含量对试样热震稳定性的影响

由实验结果还可以看到,β-Sialon加入量的不同对刚玉制品热震稳定性的改善程度是不同的。加入20%β-Sialon的3*试样热震稳定性最好;加入10%β-Sialon的2*试样,由于其β-Sialon的量较少,故前述的有益作用表现得不甚明显;加入30%β-Sialon的4*试样,由于β-Sialon的量较多,会形成过多的微裂纹,而当微裂纹数量过多时,会形成连续的聚合式大裂纹效应,在某种程度上反而减弱了其有益作用。故β-Sialon的最佳加入量为20%。

2.4 材料的物相分析

取各项性能均较优的3*试样做XRD衍射分析,衍射图谱见图4。从图4中可看出,试样的主晶相为刚玉,次晶相为β-Sialon,其它物相均不明显。

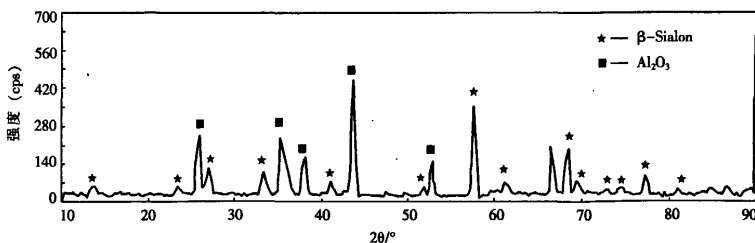


图4 3*试样的XRD图谱

图5、图6分别为3*试样的显微结构图和能谱图。从图5(a)中可以看到,主晶相刚玉颗粒构成了材料的骨架结构,原位生成的β-Sialon晶

体填充在刚玉颗粒的缝隙中,与刚玉颗粒紧密结合。根据图5(b),标号为1的晶体颗粒是β-

(下转第16页)

经过认真研究及反复实验, 决定对格子砖的装车方法进行改进。

反复的实验证明, 格子砖集中装在隧道窑窑车二步炕位置, 不再与其它砖型混装。为避免火焰二次冲击烧坏, 改变了以往摆放格子砖时, 气孔面向火道逆气流的装车方法, 而是采用了二步炕洞内所装格子砖的气孔全部顺气流装车, 边垛格子砖全部平装, 用外形简单、单重小的砖来做包皮砖, 同时所装窑车的火道稳定在规定值。烧成时采用其中一条窑况较好的隧道窑专门烧成格子砖。这样的装车方法为烧成创造了便利条件,

(上接第 14 页)

4.5 精密度试验

称取金属硅样品若干份, 按实验方法 (3.2) 进行精密度试验, 分析结果见表 5。

5 结论

通过对反应机理的探讨和计算结果的对比, 确立了本方法的计算公式; 通过加入不同酸的顺序和用量, 确定了分析步骤。

采用氢氟酸重量法直接测定工业硅中硅含量, 该方法实用性强, 易于掌握, 操作简单, 在分析周期和准确性上都能满足冶金行业的需求。

(上接第 7 页)

Sialon 相, 同时可以清晰的看出基质相与主晶相刚玉颗粒紧密结合, 基质相主要为 β -Sialon 和刚玉

有效解决了格子砖烧成产品中出现的哑音与裂纹废品较多的问题。

4 结语

通过对格子砖的装车方法进行改进, 实行格子砖集中装车, 集中于一条隧道窑进行烧成, 有效地降低了格子砖废品率, 确保了格子砖的成品合格率及格子砖生产的按期完成。同时也有利于解决其它砖型生产时的装车品种搭配问题, 确保其它砖型的烧成合格率。

王守权 编辑

参考文献

- [1] 郑汝喜, 等. 出口金属硅中铁、铝、钙的测定 SN/T 0550.2-1996, 1997.
- [2] 黄大亮, 等. 金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、钛、铬、镍、钒含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法 SN/T 1650-2005, 2007.
- [3] 成勇, 肖军, 等. 冶金分析, 2005, 25(3): 76-79.
- [4] 谷松海, 朱义, 李旭辉. 光谱学与光谱分析, 2001, 21(3): 400-403.

王晓阳 编辑

细粉, β -Sialon 晶粒细小, 主要以柱状晶体存在。

3 结论

(1) 在刚玉材料的基质中引入 β -Sialon, 可显著提高制品的热震稳定性和力学性能。

(2) β -Sialon 在刚玉材料中的加入量应适当。在本实验条件下, β -Sialon 的最佳加入量为 20%。

参考文献

- [1] 许平坤. 刚玉耐火材料. 北京: 冶金工业出版社, 1996.
- [2] 田先明, 覃蕾仑. 刚玉制品热震稳定性的改善[J]. 武钢技术, 1995, 33(7): 32-36.
- [3] Jack, K. H. and Wilson, W. I. Ceramics based on the Si-Al-O-N and relates systems. Nature Phys. Sci(London), 1972, 238: 28-29.
- [4] 姜涛, 薛向欣, 杨建. Sialon 陶瓷材料的结构、性质及应用. 耐火材料, 2001, 35(4): 229-232.
- [5] 都兴红, 张广善, 隋智通. Sialon 陶瓷的性质. 中国陶瓷, 1998, 34(2): 42-44.

王晓阳 编辑

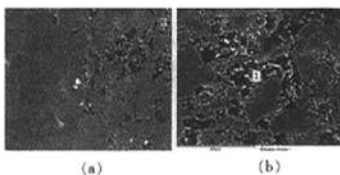


图 5 3# 试样的 SEM 照片

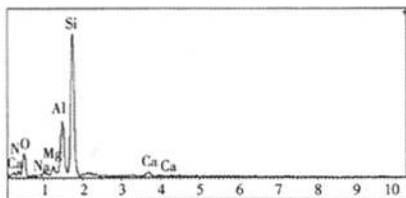


图 6 3# 试样的能谱图

β -Sialon对刚玉质耐火材料性能影响的研究

作者: [洪艳萍](#), [郭玉香](#), [葛诗文](#), [Hong Yanping](#), [Guo Yuxiang](#), [Ge Shiwen](#)
作者单位: [洪艳萍, Hong Yanping \(中冶焦耐工程技术有限公司, 鞍山, 114002\)](#), [郭玉香, Guo Yuxiang \(辽宁科技大学高镁学院, 鞍山, 114051\)](#), [葛诗文, Ge Shiwen \(鞍钢维苏威耐火材料有限公司, 鞍山, 114021\)](#)
刊名: [耐火与石灰](#)
英文刊名: [REFRACTORIES & LIME](#)
年, 卷(期): 2011, 36(3)

参考文献(5条)

1. [许平坤](#) [刚玉耐火材料](#) 1996
2. [田先明](#); [覃蕾仑](#) [刚玉制品热震稳定性的改善](#) 1995(07)
3. [Jack, K. H.](#); [Wilson, W. I](#) [Ceramics based on the Si-Al-O-N and relates systems](#) 1972
4. [姜涛](#); [薛向欣](#); [杨建](#) [Sialon陶瓷材料的结构、性质及应用\[期刊论文\]-耐火材料](#) 2001(04)
5. [都兴红](#); [张广蓉](#); [隋智通](#) [Sialon陶瓷的性质](#) 1998(02)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_gwnhcl201103002.aspx