



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113683400 A

(43) 申请公布日 2021.11.23

(21) 申请号 202111064393.9

(22) 申请日 2021.09.10

(71) 申请人 河南竹林庆州耐火材料有限公司
地址 451200 河南省郑州市巩义市竹林镇
顺河街165号

(72) 发明人 李自刚 李志强 李济华 彭从华
李安刚

(74) 专利代理机构 深圳市燊汇智诚专利代理事
务所(普通合伙) 44725
代理人 潘聪聪

(51) Int. Cl.

C04B 35/043 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法。所述可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括：包括以下步骤：S1、选料配比：(1). 电熔镁砂70~85份、鳞片状石墨15~20份、酚醛树脂(结合剂) 5~7、添加剂5~10份和固化剂适量；S2、加工：(1). 将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至30~40℃左右，其预热过程确保混练均匀。本发明提供的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法可以加强抗氧化性，保护镁碳砖免于氧化和使得Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三氧化二铝)，产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔，使材料更加致密，从而提高镁碳砖的高温抗折强度的优点。

1. 一种可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、选料配比:

(1). 电熔镁砂70~85份、鳞片状石墨15~20份、酚醛树脂(结合剂)5~7、添加剂5~10份和固化剂适量;

S2、加工:

(1). 将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至30~40℃左右,其预热过程确保混练均匀;

(2). 将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至30~40℃左右,增加酚醛树脂的流动性;

(3). 将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合;

(4). 将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉;

(5). 将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料。

2. 根据权利要求1所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:所述S2中(3)的混合时间为6~9min,所述S2中(4)的混合时间为8~10min,所述S2中(5)的搅拌时间为10~15min。

3. 根据权利要求1所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:所述S1中的电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为3~5mm。

4. 根据权利要求1所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:所述上述的抗氧化剂为金属铝粉。

5. 根据权利要求1所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:所述S1选取的鳞片状石墨粒度为0.154~0.200(80~100目)。

6. 根据权利要求1所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:S3、成型:

(1). 将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击7~13锤,压制成型,所述打击行程为100~300mm;所述打击压力为4000~16000KN;

(2). 将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 ≥ 24 h,得到镁碳砖。

7. 根据权利要求6所述的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法,其特征在于:所述上述温度曲线在100℃以下时,升温速率设置为8~10℃/min,在100℃以上时,升温速率设置为3~5℃/min。

一种可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高镁碳砖技术领域,尤其涉及一种可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法。

背景技术

[0002] 铝镁碳砖具有抗侵蚀、抗剥落、使用安全、粘钢粘渣少、拆包容易等优点,主要用于使用条件苛刻的盛钢桶内衬。传统的铝镁碳砖是以特级高铝矾土、镁砂和鳞片状石墨为主要原料制成的耐火制品,其中碳含量为5%~8%,相关技术中,公开了一种铝镁碳砖及其制备方法,属于耐火材料领域。铝镁碳砖原料由30~80重量份废弃铝镁碳砖颗粒,3~40重量份特级高铝矾土熟料,3~10重量份镁砂,3~10重量份镁铝尖晶石,5~8重量份石墨,3~15重量份微粉添加剂和2.2~3.5重量份有机结合剂组成。先将钢厂废弃铝镁碳砖进行拣选、水化、干燥、破粉碎处理后,和其它原料经混练、成型和热处理步骤制得铝镁碳砖。节能环保型铝镁碳砖耐压强度高、气孔率低、抗钢水侵蚀性好,使用寿命达到或超过传统铝镁碳砖。对废弃铝镁碳砖进行了合理利用,减少了对矿产资源的消耗。

[0003] 但是,上述结构中还存在不足之处,通过上述方法虽然可以达到对废弃铝镁碳砖进行了合理利用,减少了对矿产资源的消耗,但是上述方法中制备出的铝镁碳砖中碳含量高,在使用过程中容易被氧化,并且随着洁净钢冶炼技术的发展,传统铝镁碳砖在使用过程中对钢水有一定的增碳作用,对冶炼某些钢种带来一定难度,但如果铝镁碳砖的碳含量小于5%,则砖的抗渣性、抗热震性显著变差,不能满足钢包的使用要求。

[0004] 因此,有必要提供一种新的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法解决上述技术问题。

发明内容

[0005] 本发明解决的技术问题是提供一种可以加强抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化和使得Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三碳化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提供的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括以下步骤:

[0007] S1、选料配比:

[0008] (1).电熔镁砂70~85份、鳞片状石墨15~20份、酚醛树脂(结合剂)5~7、添加剂5~10份和固化剂适量;

[0009] S2、加工:

[0010] (1).将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至30~40℃左右,其预热过程确保混练均匀;

[0011] (2).将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至30~40℃左右,增加酚醛树脂的流动性;

- [0012] (3).将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合;
- [0013] (4).将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉;
- [0014] (5).将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料。
- [0015] 作为本发明的进一步方案,所述S2中(3)的混合时间为6~9min,所述S2中(4)的混合时间为8~10min,所述S2中(5)的搅拌时间为10~15min。
- [0016] 作为本发明的进一步方案,所述S1中的电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为3~5mm。
- [0017] 作为本发明的进一步方案,所述上述的抗氧化剂为金属铝粉。
- [0018] 作为本发明的进一步方案,所述S1选取的鳞片状石墨粒度为0.154~0.200(80~100目)。
- [0019] 作为本发明的进一步方案,S3、成型:
- [0020] (1).将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击7~13锤,压制成型,所述打击行程为100~300mm;所述打击压力为4000~16000KN;
- [0021] (2).将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 ≥ 24 h,得到镁碳砖。
- [0022] 作为本发明的进一步方案,所述上述温度曲线在100℃以下时,升温速率设置为8~10℃/min,在100℃以上时,升温速率设置为3~5℃/min。
- [0023] 与相关技术相比较,本发明提供的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法具有如下有益效果:
- [0024] 1、本发明通过采用鳞片状石墨可以加强抗氧化性,特殊的鳞片结构密闭性更好,能更好地隔绝空气,形成还原气氛,增强自身的抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化的优点;
- [0025] 2、本发明通过采用金属铝粉作为抗氧化剂,使得Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三氧化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度。

具体实施方式

- [0026] 可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括以下步骤:
- [0027] S1、选料配比:
- [0028] (1).电熔镁砂70~85份、鳞片状石墨15~20份、酚醛树脂(结合剂)5~7、添加剂5~10份和固化剂适量;
- [0029] S2、加工:
- [0030] (1).将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至30~40℃左右,其预热过程确保混练均匀;
- [0031] (2).将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至30~40℃左右,增加酚醛树脂的流动性;
- [0032] (3).将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合;

[0033] (4).将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉;

[0034] (5).将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料。

[0035] 所述S2中(3)的混合时间为6~9min,所述S2中(4)的混合时间为8~10min,所述S2中(5)的搅拌时间为10~15min。

[0036] 所述S1中的电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为3~5mm。

[0037] 所述上述的抗氧化剂为金属铝粉。

[0038] 所述S1选取的鳞片状石墨粒度为0.154~0.200(80~100目)。

[0039] S3、成型:

[0040] (1).将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击7~13锤,压制成型,所述打击行程为100~300mm;所述打击压力为4000~16000KN;

[0041] (2).将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 ≥ 24 h,得到镁碳砖。

[0042] 所述上述温度曲线在100℃以下时,升温速率设置为8~10℃/min,在100℃以上时,升温速率设置为3~5℃/min。

[0043] 本发明提供的可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法的原理如下:

[0044] 第一步骤:采用鳞片状石墨来代替普通石墨,是因为鳞片状石墨比普通石墨粉在抗氧化性上效果要好,特殊的鳞片结构密闭性更好,能更好地隔绝空气,形成还原气氛,增强自身的抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化,并且高纯的镁砂颗粒中方镁石晶粒发育更完善,高温下的体积稳定性更好,从宏观上体现出高的机械强度,有利于提高镁碳砖高温抗折强度,且镁碳砖中镁砂的临界粒度大,其体积密度降低,显气孔率显著增大,不利于提高其高温性能,镁砂临界颗粒小,可在材料中形成取向复杂的微气孔,使得材料的抗氧化性得到增强,从而提高其高温性能;

[0045] 第二步骤:通过添加抗氧化剂,不仅可以提高镁碳砖在高温下的抗氧化性,而且可以提高镁碳砖的高温强度和抗渣性,目前,镁碳砖的抗氧化剂主要有金属铝粉、TiN、B4C(碳化硼)等,其中金属铝粉对提高镁碳砖高温抗折强度效果最为明显,因为Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三氧化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度。

[0046] 实施例1:

[0047] 可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括以下步骤:

[0048] (1).选取原料配比:电熔镁砂85份、鳞片状石墨20份、酚醛树脂(结合剂)7、添加剂10份和固化剂适量,电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为5mm,鳞片状石墨粒度为0.154~0.200(80~100目);

[0049] (2).将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至40℃左右,其预热过程确保混练均匀;

[0050] (3).将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至40℃左右,增加酚醛树脂的流动性;

[0051] (4).将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合,混合时间为9min;

[0052] (5).将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉,混合时间为10min;

[0053] (6).将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料,搅拌时间为15min,所述抗氧化剂为金属铝粉;

[0054] (7).将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击13锤,压制成型,所述打击行程为100mm;所述打击压力为4000KN;

[0055] (8).将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 $\geq 24\text{h}$,得到镁碳砖,所述上述温度曲线在 100°C 以下时,升温速率设置为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$,在 100°C 以上时,升温速率设置为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

[0056] 原理为采用鳞片状石墨来代替普通石墨,是因为鳞片状石墨比普通石墨粉在抗氧化性上效果要好,特殊的鳞片结构密闭性更好,能更好地隔绝空气,形成还原气氛,增强自身的抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化,并且高纯的镁砂颗粒中方镁石晶粒发育更完善,高温下的体积稳定性更好,从宏观上体现出高的机械强度,有利于提高镁碳砖高温抗折强度,且镁碳砖中镁砂的临界粒度大,其体积密度降低,显气孔率显著增大,不利于提高其高温性能,镁砂临界颗粒小,可在材料中形成取向复杂的微气孔,使得材料的抗氧化性得到增强,从而提高其高温性能,通过添加抗氧化剂,不仅可以提高镁碳砖在高温下的抗氧化性,而且可以提高镁碳砖的高温强度和抗渣性,目前,镁碳砖的抗氧化剂主要有金属铝粉、TiN、B4C(碳化硼)等,其中金属铝粉对提高镁碳砖高温抗折强度效果最为明显,因为Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三氧化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度。

[0057] 实施例2:

[0058] 可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括以下步骤:

[0059] (1).选取原料配比:电熔镁砂77.5份、鳞片状石墨17.5份、酚醛树脂(结合剂)6、添加剂7.5份和固化剂适量,电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为4mm,鳞片状石墨粒度为 $0.154\sim 0.200$ (80~100目);

[0060] (2).将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至 35°C 左右,其预热过程确保混练均匀;

[0061] (3).将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至 35°C 左右,增加酚醛树脂的流动性;

[0062] (4).将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合,混合时间为7.5min;

[0063] (5).将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉,混合时间为9min;

[0064] (6).将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料,搅拌时间为12.5min,所述抗氧化剂为金属铝粉;

[0065] (7).将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击10锤,压制成型,所述打击行程为200mm;所述打击压力为6000KN;

[0066] (8).将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 ≥ 24 h,得到镁碳砖,所述上述温度曲线在100℃以下时,升温速率设置为9℃/min,在100℃以上时,升温速率设置为4℃/min。

[0067] 原理为采用鳞片状石墨来代替普通石墨,是因为鳞片状石墨比普通石墨粉在抗氧化性上效果要好,特殊的鳞片结构密闭性更好,能更好地隔绝空气,形成还原气氛,增强自身的抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化,并且高纯的镁砂颗粒中方镁石晶粒发育更完善,高温下的体积稳定性更好,从宏观上体现出高的机械强度,有利于提高镁碳砖高温抗折强度,且镁碳砖中镁砂的临界粒度大,其体积密度降低,显气孔率显著增大,不利于提高其高温性能,镁砂临界颗粒小,可在材料中形成取向复杂的微气孔,使得材料的抗氧化性得到增强,从而提高其高温性能,通过添加抗氧化剂,不仅可以提高镁碳砖在高温下的抗氧化性,而且可以提高镁碳砖的高温强度和抗渣性,目前,镁碳砖的抗氧化剂主要有金属铝粉、TiN、B4C(碳化硼)等,其中金属铝粉对提高镁碳砖高温抗折强度效果最为明显,因为Al在低温时与C反应形成 Al_2O_3 (三氧化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度。

[0068] 实施例3:

[0069] 可提高镁碳砖高温抗折强度的制备方法包括以下步骤:

[0070] (1).选取原料配比:电熔镁砂70份、鳞片状石墨15份、酚醛树脂(结合剂)5、添加剂5份和固化剂适量,电熔镁砂中的MgO的质量在99%,粒度为3mm,鳞片状石墨粒度为0.154~0.200(80~100目);

[0071] (2).将上述选取的电熔镁砂放置容器内先预热至30℃左右,其预热过程确保混练均匀;

[0072] (3).将上述选取的酚醛树脂放置容器内先预热至30℃左右,增加酚醛树脂的流动性;

[0073] (4).将上述选取的固化剂和上述预热好的酚醛树脂置入混合设备中均匀混合,混合时间为6min;

[0074] (5).将上述选取的鳞片状石墨、添加剂、固化剂和上述预热好的电熔镁砂置入细粉混合设备中,混合均匀后得混合粉,混合时间为8~10min;

[0075] (6).将上述(3)所得到的产物和上述(4)中所得到的产物置入搅拌设备内均匀搅拌,在混合期间可以加入适量的抗氧化剂,搅拌均匀后得到混料,搅拌时间为10min,所述抗氧化剂为金属铝粉;

[0076] (7).将上述S2中(5)得到的混料称量后加入至螺旋压砖机上的模具内,设置打击行程和打击压力,打击7锤,压制成型,所述打击行程为300mm;所述打击压力为16000KN;

[0077] (8).将上述压制成型的产物放入干燥设备内,设置温度曲线,热处理时间 ≥ 24 h,得到镁碳砖,所述上述温度曲线在100℃以下时,升温速率设置为8℃/min,在100℃以上时,升温速率设置为3℃/min。

[0078] 原理为采用鳞片状石墨来代替普通石墨,是因为鳞片状石墨比普通石墨粉在抗氧化性上效果要好,特殊的鳞片结构密闭性更好,能更好地隔绝空气,形成还原气氛,增强自

身的抗氧化性,保护镁碳砖免于氧化,并且高纯的镁砂颗粒中方镁石晶粒发育更完善,高温下的体积稳定性更好,从宏观上体现出高的机械强度,有利于提高镁碳砖高温抗折强度,且镁碳砖中镁砂的临界粒度大,其体积密度降低,显气孔率显著增大,不利于提高其高温性能,镁砂临界颗粒小,可在材料中形成取向复杂的微气孔,使得材料的抗氧化性得到增强,从而提高其高温性能,通过添加抗氧化剂,不仅可以提高镁碳砖在高温下的抗氧化性,而且可以提高镁碳砖的高温强度和抗渣性,目前,镁碳砖的抗氧化剂主要有金属铝粉、TiN、B₄C(碳化硼)等,其中金属铝粉对提高镁碳砖高温抗折强度效果最为明显,因为Al在低温时与C反应形成Al₂O₃(三氧化二铝),产生约8.9%的体积膨胀而堵塞气孔,使材料更加致密,从而提高镁碳砖的高温抗折强度。