



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101423414 B

(45) 授权公告日 2011.09.21

(21) 申请号 200810231096.7

(22) 申请日 2008.11.27

(73) 专利权人 中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司

地址 471039 河南省洛阳市涧西区西苑路
43号

(72) 发明人 刘鹏 周会俊 王龙光 张立明

(74) 专利代理机构 洛阳明律专利代理事务所
41118

代理人 卢洪方

(51) Int. Cl.

C04B 35/66 (2006.01)

C04B 35/10 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1699267 A, 2005.11.23, 说明书第2页第
4段-第3页第1段.

程本军等. 微粉及烧成温度对刚玉莫
来石材料结构的影响. 《浙江大学学报(工学
版)》. 2006, 第40卷(第8期), 1458-1463.

周会俊等. 高温刚玉-莫来石棚板的生产与
应用. 《佛山陶瓷》. 2008, (第144期), 第19-
21页.

审查员 易方

权利要求书 1页 说明书 5页

(54) 发明名称

一种高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板及其制
备方法

(57) 摘要

本发明属于陶瓷窑具技术领域。提供一种
刚玉-莫来石承烧板及制备方法,其原料组分及
各组分的质量百分比为:粒径为5—0.088mm的
 α - Al_2O_3 颗粒料70—85%,粒度小于0.08mm的
铝-硅溶胶细粉料5—15%,粒径小于0.088mm的
电熔莫来石细粉5—15%;结合剂外加3—5%。利
用铝-硅溶胶纯度高,粒度小的特点,经高温烧成
后制取高纯、大晶粒莫来石相结合刚玉高温抗蠕
变承烧板,获得的承烧板在高温下使用不变形、抗
热震性好,可作为电子陶瓷、高温陶瓷领域在大于
1650℃条件下使用的承烧板。

1. 一种高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板,其特征是:其原料组分及各组分的质量百分比为:粒径为 5-0.088mm 的 α - Al_2O_3 颗粒料 70-85%,粒度小于 0.08mm 的铝-硅溶胶细粉料 5-15%,所述粒度小于 0.08mm 的铝-硅溶胶细粉料是由工业级的铝-硅溶胶经过 110°C-150°C 烘干、700°C 预烧除去结晶水使铝-硅溶胶转化为 Al_2O_3 - SiO_2 纳米级的混合物,所制得混合物中 Al_2O_3 质量百分比含量为 72-78%,其余为 SiO_2 ;粒径小于 0.088mm 的电熔莫来石细粉 5-15%;结合剂外加 3-5%。

2. 按照权利要求 1 所述的一种高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板,其特征是:所述结合剂为亚硫酸纸浆废液、聚乙烯醇、糊精、树脂中的一种。

3. 一种制备权利要求 1 高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板的方法,其特征是其工艺步骤如下:

- 1) 按所要求比例将原料放入混料机中混合均匀;
- 2) 将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;
- 3) 将步骤 2 制备好的物料,称重后置入模具中成型,成型压 100 ~ 150MPa;
- 4) 成型后的素坯先自然干燥 2 天,然后在 110-150°C 下进行 24 小时烘干;
- 5) 烘干后,在 1500 ~ 1600°C 温度下烧制 4 ~ 6 小时,得到承烧板制品。

一种高温抗蠕变刚玉—莫来石承烧板及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于陶瓷、耐火材料制备技术领域,具体涉及一种由 α - Al_2O_3 为颗粒料,以反应形成的莫来石为结合相的高温刚玉—莫来石承烧板及制备方法。所制备的刚玉—莫来石承烧板适应于电子陶瓷、高温陶瓷与各种高温窑炉的承烧。

背景技术

[0002] 刚玉—莫来石窑具具有优良的高温热学、力学性能,主要应于电子陶瓷、高温陶瓷领域用于烧成制品的承烧。由于生成莫来石相原料纯度的限制,刚玉—莫来石承烧板在大于 1600°C 条件下使用容易变形。目前使用温度大于 1600°C 的高温窑具主要以价格昂贵的重结晶碳化硅制品为主。

[0003] 刚玉—莫来石窑具常规制备方法是:以刚玉、莫来石为颗粒料,以反应生成的莫来石为结合相。已知技术文献“莫来石—刚玉制承烧板的研制”(何国明,浦雪琴,诸爱珍.江苏陶瓷.2005,38(2):20—23)公开了一种采用粘土与 α 氧化铝微粉为细粉料,并添加锆英石制作刚玉—莫来石承烧板的方法。粘土具有粘性和促烧作用,被广泛应用于耐火材料,用来提高材料的结合强度和降低烧成温度;但由于粘土含有 TiO_2 、 Fe_2O_3 等杂质,高温烧成后这些杂质主要以玻璃相存在,由于材料中残存的玻璃相在高温下以液相形式存在,对于在高温下起支撑作用的承烧板材料来说这些液相会导致承烧板弯曲变形。因此在承烧板的制备方法中含有粘土成分的制品其使用温度都小于 1450°C 。

[0004] 文献对刚玉—莫来石承烧板的报道多集中在如何提高材料的抗热震性。如文献“添加剂对刚玉—莫来石质承烧板抗热震性的影响”(武杏荣、曹枫、田锋等.耐火材料.2004,38(6):386—388)公开了一种以氧化铝微粉、硅线石粉和少量粘土为基质,通过添加钛白粉、锆英石粉提高材料抗热震性的方法。该法由于含有粘土,虽然通过添加剂提高了材料的抗热震性,但无助于材料抗蠕变性的提高。

[0005] 已知公开文献“刚玉莫来石复相陶瓷热震及蠕变性能的影响因素分析”(程本军,郭兴忠,杨辉.硅酸盐通报,2005(3):35—39)报道了硅微粉、氧化铝微粉与烧成温度对刚玉莫来石材料热震性与蠕变性能的影响,文中给出了抗热震性与抗蠕变性最佳的工艺条件是 11%氧化铝微粉、3%的硅微粉 1650°C 条件下烧成。氧化铝微粉、硅微粉为微米级的原料,在 1650°C 条件下二者随然能够完全莫来石化,但由于原料活性的限制,莫来石晶粒的长大不明显,另外目前工业级的硅微粉纯度最高为 97.1%,不能满足制取高温抗蠕变承烧板的要求。

[0006] 综上分析基质部分采用粘土或者氧化铝微粉、硅微粉的制作工艺很难制取使用温度超过 1650°C 的高性能承烧板。

发明内容

[0007] 本发明的目的是解决目前刚玉—莫来石承烧板使用温度低,高温下容易变形的缺点,提供一种使用温度超过 1650°C ,抗弯蠕变性好、抗热震性好和使用寿命长的刚玉—莫来

石承烧板及其制备方法。

[0008] 本发明为完成其发明任务所采取的技术方案是：一种高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板，其特征是其原料组分及各组分的质量百分比为：粒径为 5—0.088mm 的 α -Al₂O₃ 颗粒料 70—85%，铝-硅溶胶 700℃ 预烧并磨细至粒度小于 0.08mm 细粉料 5—15%，粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉 5—15%；结合剂外加 3—5%。

[0009] 上述铝-硅溶胶 700℃ 预烧并磨细至粒度小于 0.08mm 粉料是指：将铝-硅溶胶在 110℃—150℃ 条件下干燥制取块料，将块料于 700℃ 电炉或者隧道窑、梭式窑中预烧除去结晶水使铝-硅溶胶转化为 Al₂O₃-SiO₂ 纳米级的混合物，将混合物放入振动磨中磨细至粒径小于 0.088mm；所制得的混合物中 Al₂O₃ 质量百分比含量为 72—78%，其余为 SiO₂。

[0010] 所述结合剂为亚硫酸纸浆废液、聚乙烯醇、糊精、树脂中的一种

[0011] 一种高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板的制备方法，其工艺步骤如下：

[0012] 1) 按原料加入比例将原料放入混料机中混合均匀；

[0013] 2) 将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时；

[0014] 3) 将步骤 2 制备好的物料，称重后置入模具中成型，成型压力 100 ~ 150MPa；

[0015] 4) 成型后的素坯先自然干燥 2 天，然后在 110—150℃ 下进行 24 小时烘干；

[0016] 5) 烘干后，在 1500 ~ 1600℃ 温度下烧制 4 ~ 6 小时，即得到承烧板制品。

[0017] 用本方法制得的高温刚玉-莫来石承烧板具体指标如表 1 所示

[0018] 表 1 高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能指标

[0019]

Al ₂ O ₃	SiO ₂	显气孔率	常温抗折	1400℃高温抗折	使用温度 /
%	%	%	/MPa	/MPa	℃
94	6	14-15	9	8.5	>1650

[0020] 本发明的技术优点是：

[0021] 对于高温抗蠕变刚玉-莫来石材料来说，不但要求材料具有合适的常温强度，而且要求材料在高温下具有较好的抗蠕变断裂的能力。其中核心的问题是要避免材料制备过程中产生玻璃相，从而防止材料在使用过程的软化断裂；另外，提高结合相莫来石的晶粒尺寸、减少材料中晶界滑移与位错的数量也是防止材料蠕变断裂的另一重要途径。

[0022] 本发明的原理是：使用工业级的铝-硅溶胶作为合成莫来石的前驱体。铝-硅溶胶本身是铝元素、硅元素纳米级的混合物，它具有元素混合均匀、纯度易于控制的特点；经过 700℃ 煅烧后铝元素、硅元素生成混合均匀的纳米级的 Al₂O₃、SiO₂，是低温合成莫来石的理想前驱体。

[0023] 铝-硅溶胶是一种化工产品，杂质成份如 Na₂O、K₂O、TiO₂ 可以得到有效的控制，由该前驱体生成的莫来石纯度高，不含玻璃相，使用时可以有效的避免高温下由于玻璃相的软化导致的弯曲变形。

[0024] 由于铝-硅溶胶生成的 Al₂O₃、SiO₂ 是纳米级的混合物，纳米材料的过程效应促使

晶粒合并生长,并向板片状交错发育,有效的减低了晶界数量,也使材料中位错与晶界滑移的数量显著减低,有效克服了细晶导致的蠕变断裂。

[0025] 与硅微粉、 α - Al_2O_3 微粉作为莫来石前驱体的制品相比,铝-硅溶胶莫来石化反应完全无 SiO_2 残余,具有很好的抗热振性;与粘土相比,本方法所得制品由于玻璃相较少,显著提高了制品的使用温度。

具体实施方式

[0026] 在实施例 1 中出现的含量、浓度等参数其单位均为质量百分数,

[0027] 实施例 1

[0028] 由 85% 的粒径 5-0.088mm α - Al_2O_3 颗粒料,7.5% 的粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉,7.5% 的铝-硅溶胶 700 $^{\circ}\text{C}$ 预烧料 (Al_2O_3 含量 72%),外加 4% PVA 作为结合剂,

[0029] 其工艺步骤如下:

[0030] 1) 混料:按上述比例将原料放入混料机中混合均匀;

[0031] 2) 困料:将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;

[0032] 3) 成型:将步骤 2 制备好的物料称重后置入模具中成型,成型压力 150Mpa;

[0033] 4) 烘干:成型后的素坯先自然干燥 2 天,然后在 110 $^{\circ}\text{C}$ 下进行 24 小时烘干;

[0034] 5) 烧成:烘干后,在 1500 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6h 烧成,即得到承烧板制品。

[0035] 所得高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能如表 2 所示

[0036] 表 2 实例 1 常规物理性能

[0037]

Al_2O_3	SiO_2	显气孔率	常温抗折	1400 $^{\circ}\text{C}$ 高温抗折	使用温度/
wt%	wt%	%	/MPa	/MPa	$^{\circ}\text{C}$
96.3	3.7	14.10	8.00	7.50	>1650

[0038] 实施例 2

[0039] 由 80% 的粒径 5-0.088mm α - Al_2O_3 颗粒料,10% 的粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉,10% 的铝-硅溶胶 700 $^{\circ}\text{C}$ 预烧料 (Al_2O_3 含量 78%),外加 4% 亚硫酸纸浆废液作为结合剂。

[0040] 其工艺步骤如下:

[0041] 1) 混料:按上述比例将原料放入混料机中混合均匀;

[0042] 2) 困料:将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;

[0043] 3) 成型:将步骤 2 制备好的物料称重后置入模具中成型,成型压力 100Mpa;

[0044] 4) 烘干:成型后的素坯先自然干燥 2 天,然后在 110 $^{\circ}\text{C}$ 下进行 24 小时烘干;

[0045] 5) 烧成:烘干后,在 1600 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6h 烧成,即得到承烧板制品。

[0046] 所得高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能如表 3 所示

[0047] 表 3 实例 2 常规物理性能

[0048]

Al ₂ O ₃	SiO ₂	显气孔率	常温抗折	1400℃高温抗折	使用温度/
wt%	wt%	%	/MPa	/MPa	℃
95.6	4.4	16.00	15.00	12.00	>1650

[0049] 实施例 3

[0050] 由 70% 粒径 5-0.088mm α -Al₂O₃ 颗粒料, 15% 粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉, 15% 铝-硅溶胶 700℃ 预烧料 (Al₂O₃ 含量 76), 外加 4% 亚硫酸纸浆废液作为结合剂。

[0051] 其工艺步骤如下:

[0052] 1) 混料: 按上述比例将原料放入混料机中混合均匀;

[0053] 2) 困料: 将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;

[0054] 3) 成型: 将步骤 2 制备好的物料称重后置入模具中成型, 成型压力 150Mpa;

[0055] 4) 烘干: 成型后的素坯先自然干燥 2 天, 然后在 110℃ 下进行 24 小时烘干;

[0056] 5) 烧成: 烘干后, 在 1550℃ 保温 4h 烧成, 即得到承烧板制品。

[0057] 所得高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能如表 4 所示

[0058] 表 4 实例 3 常规物理性能

[0059]

Al ₂ O ₃	SiO ₂	显气孔率	常温抗折	1400℃高温抗折	使用温度/
wt%	wt%	%	/MPa	/MPa	℃
93.1	6.9	13.0	10.55	8.55	>1650

[0060] 实施例 4

[0061] 由 80% 粒径 5-0.088mm α -Al₂O₃ 颗粒料、5% 粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉、15% 铝-硅溶胶 700℃ 预烧料 (Al₂O₃ 含量 74%), 外加 4% 树脂为结合剂。

[0062] 其工艺步骤如下:

[0063] 1) 混料: 按上述比例将原料放入混料机中混合均匀;

[0064] 2) 困料: 将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;

[0065] 3) 成型: 将步骤 2 制备好的物料称重后置入模具中成型, 成型压力 100Mpa;

[0066] 4) 烘干: 成型后的素坯先自然干燥 2 天, 然后在 110℃ 下进行 24 小时烘干;

[0067] 5) 烧成: 烘干后, 在 1600℃ 保温 5h 烧成, 即得到承烧板制品。

[0068] 所得高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能如表 5 所示

[0069] 表 5 实例 4 常规物理性能

[0070]

Al ₂ O ₃	SiO ₂	显气孔率	常温抗折	1400℃高温抗折	使用温度/
wt%	wt%	%	/MPa	/MPa	℃
95.0	15.0	15.0	16.0	12.5	>1650

[0071] 实施例 5

[0072] 80% 粒径 5-0.088mm α -Al₂O₃ 颗粒料, 15% 粒径小于 0.088mm 电熔莫来石细粉, 5% 铝-硅溶胶 700℃ 预烧料 (Al₂O₃ 含量 76%), 外加 4% 糊精为结合剂。

[0073] 其工艺步骤如下:

[0074] 1) 混料: 按上述比例将原料放入混料机中混合均匀;

[0075] 2) 困料: 将上述混合均匀的物料在密闭状态下静置 12 小时;

[0076] 3) 成型: 将步骤 2 制备好的物料称重后置入模具中成型, 成型压力 120Mpa;

[0077] 4) 烘干: 成型后的素坯先自然干燥 2 天, 然后在 110℃ 下进行 24 小时烘干;

[0078] 5) 烧成: 烘干后, 在 1580℃ 保温 6h 烧成, 即得到承烧板制品。

[0079] 所得高温抗蠕变刚玉-莫来石承烧板性能如表 6 所示

[0080] 表 6 实例 5 常规物理性能

[0081]

Al ₂ O ₃	SiO ₂	显气孔率	常温抗折	1400℃高温抗折	使用温度
wt%	wt%	%	/MPa	/MPa	
95.5	4.5	20.5	8.0	6.5	>1650℃