

## Nghiên cứu chế tạo gốm sứ hệ silic cacbua sử dụng làm phin lọc xỉ cho kim loại nóng chảy

Trần Văn Cường\*, Phan Thanh Xuân, Trần Văn Chinh

Viện Hoá học - Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ quân sự

Đến Tòa soạn 10-8-2016; Chấp nhận đăng 26-6-2017

### Abstract

Silicon carbide ceramic foam filter is a special technology. It has a foam porous structure of ceramic products, and its light weight, chemical stability, large surface area through-hole rate, corrosion resistance to molten metal erosion, high temperature, high strength, high pass rate, and good thermal shock resistance characteristics. It is mainly used in the field of metallurgy and casting metal liquid filtration and purification. Ceramic foam filters can be made of different pore size and porosity, in order to obtain satisfactory filtration effect. A process for producing a silicon carbide ceramic foam filter includes the steps of: preparing raw material becoming silicon carbide from a mixture of silicon carbide powder, alumina, zirconium silicate, talc and kaolin clay; adding the forming agents into the raw materials for silicon carbide generation, mixing the forming agents and the raw materials to obtain a raw material batch, shaping a foam structural body from the resulting mixture by extrusion, hydraulic press machine or mold for slip casting; drying the formed body, and sintering the formed body after drying. The structure and property of the silicon carbide ceramic foam filter were investigated by X-ray diffraction (XRD), Scanning Electronic Microscopy (SEM).

**Keywords.** Silicon carbide ceramic, foam filter, molten metal.

### 1. MỞ ĐẦU

Vật liệu lọc xỉ có vai trò quan trọng trong công nghiệp đúc rót kim loại nóng chảy nhằm mục đích loại bỏ các tạp chất không mong muốn sinh ra trong quá trình đúc rót khuôn mẫu, động cơ, sản xuất thép, sản xuất dây cáp điện,... Nhờ có vật liệu này, sản phẩm tạo thành đồng nhất, giảm thiểu khuyết tật tối đa.

Vật liệu sử dụng để lọc xỉ cần phải có tính chất độ bền nhiệt, bền cơ, bền sốc nhiệt lớn, đặc biệt phải chịu được môi trường ăn mòn cao. Gốm sứ sử dụng trong công nghệ này có nhiều hệ như: hệ silic cacbua, aluminosilicat, zirconia, cordierit, mulit, corundum - mulit,... [1-3].

Gốm sứ hệ silic cacbua có chứa thành phần chính là pha tinh thể silic cacbua và các pha: mulit, corundum, spinen, cristobalit, zirconia. Hệ gốm sứ này có độ bền cơ, bền sốc nhiệt lớn, chịu được ăn mòn cao. Điều này đặc biệt quan trọng đối với vật liệu làm việc trong điều kiện nhiệt độ cao, ăn mòn mạnh [4-6].

Gốm sứ hệ silic cacbua được chế tạo theo các phương pháp như: phương pháp ép thủy tĩnh hay đẳng tĩnh; phương pháp đúc rót hồ nhiệt; phương

pháp ép đùn hút chân không; phương pháp ép và đầm rung; phương pháp đổ rót vào khuôn thạch cao; phương pháp dùng phụ gia cháy; phương pháp dùng chất tạo bọt; phương pháp hóa học,... [7, 8].

Bài báo nêu một số kết quả nghiên cứu quá trình chế tạo gốm sứ hệ silic cacbua sử dụng phương pháp dùng khuôn xốp.

### 2. THỰC NGHIỆM

#### 2.1. Nguyên liệu và thiết bị

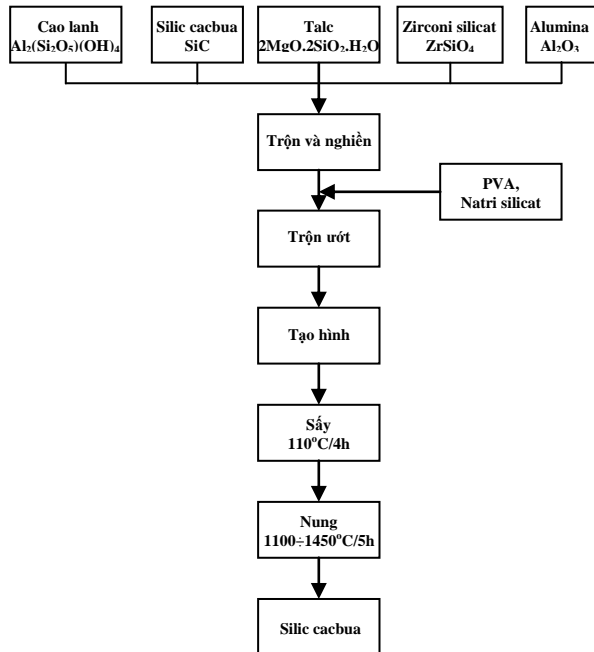
Các nguyên liệu sử dụng là: silic cacbua 99 %, kích thước  $\leq 25 \mu\text{m}$  (Zhengzhou Xindaxin Science & Technology Co., Ltd), zirconi silicat 99 %, cao lanh  $\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$  (Việt Nam), talc  $2\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (VN), oxit nhôm  $\text{Al}_2\text{O}_3$  99 % (Almatis), polyuretan foam 10-15ppi (Dongguan Dihui Foam Sponge Co., Ltd), keo PVA 5 %, dung dịch điện giải natri silicat (Việt Nam) 2 %.

Các thiết bị sử dụng là: máy nghiền bi rung, máy khuấy, tủ sấy, lò nung Nabertherm (Đức).

Các mẫu được nung trong lò nung Nabertherm tại Nhà máy vật liệu chịu lửa kiểm tính Việt Nam (Từ Sơn, Bắc Ninh).

## 2.2. Tạo mẫu

Sơ đồ công nghệ chế tạo gốm sứ silic cacbua thể hiện trên hình 1.



Hình 1: Sơ đồ công nghệ chế tạo gốm sứ silic cacbua

### 2.2.1. Định hình mẫu

- Silic cacbua, zircon silicat, cao lanh, oxit nhôm được nghiền mịn trước khi đưa vào phối liệu.
- Phối liệu được trộn và nghiền trong máy nghiền bi rung.
- Chất kết dính sử dụng là PVA với hàm lượng 5 %.
- Dung dịch là natri silicat ( $d = 2,7$  g/ml) với hàm lượng 2 %
- Bổ sung nước để tạo độ ẩm 35 %.
- Nhúng 3-4 lần mẫu polyuretan foam có hình dạng mong muốn vào hồ phối liệu trên.

### 2.2.2. Nung mẫu

Các mẫu sau khi tạo hình bằng các phương pháp trên, được sấy ở 110 °C trong 4 giờ và nung ở nhiệt độ 1100÷1450 °C trong 12 giờ, trong đó giữ ở 1450 °C là 5 giờ.

## 2.3. Các phương pháp nghiên cứu

Thành phần pha và hàm lượng các tinh thể bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) trên thiết bị X'Pert Pro (Hà Lan). Hàm lượng các nguyên tố xác

định bằng phương pháp phân tích phổ huỳnh quang tia X (XRF) trên thiết bị Thermo (Mỹ). Xác định kích thước, hình dạng của vật liệu bằng phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) trên thiết bị Hitachi-S-4600. Xác định độ xốp, tỷ trọng, độ hút nước bằng phương pháp sử dụng cân thủy tĩnh theo TCVN 6530-1999.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Sử dụng các phương pháp công cụ để phân tích mẫu gốm sứ silic cacbua thu được.

Thành phần của các nguyên liệu bao gồm: 57,5% SiC ( $D_{50} = 25$   $\mu$ m); 30 % alumina ( $D_{50} = 4$   $\mu$ m); 3% talc; 7,5 % zircon silicat; 2 % sợi alumino silicat (3 mm); 2 % cao lanh và 2 % dung dịch natri silicat ( $d = 2,7$  g/ml) so với tổng khối lượng của các thành phần trên.

Chất kết dính tạm thời là keo PVA được chế tạo bằng cách cho 5 % PVA vào thiết bị chứa nước, sau đó vừa gia nhiệt ở 80 °C, vừa khuấy trong 4 giờ.

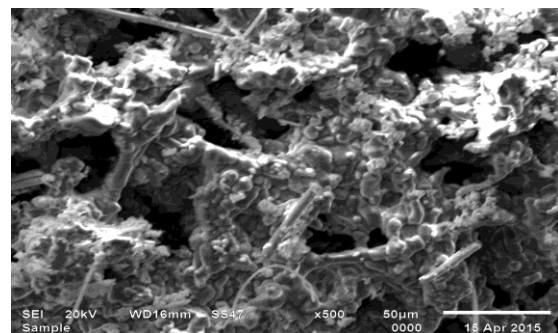
Hàm lượng các nguyên tố trong silic cacbua xác định bằng phương pháp phân tích phổ huỳnh quang tia X (XRF) trên thiết bị Thermo (Mỹ). Kết quả thể hiện dưới bảng 1.

Bảng 1: Hàm lượng các oxit trong gốm sứ silic cacbua

SiC (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	ZrO <sub>2</sub> (%)	MgO (%)
55	30	5	5	2

### 3.1. Hình thái học của gốm sứ silic cacbua

Hình dạng, kích thước tinh thể được xác định bằng thiết bị hiển vi điện tử quét SEM cho kết quả trên hình 2.



Hình 2: Ảnh SEM của sản phẩm gốm sứ silic cacbua

Từ hình SEM của gốm sứ silic cacbua chế tạo bằng phương pháp dùng khuôn xốp, nhận thấy bề

mặt không đều nhất.

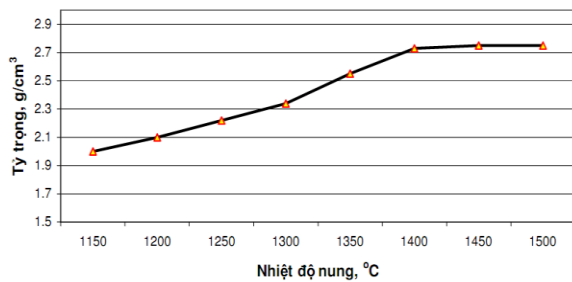
Điều này được giải thích là do phương pháp dùng khuôn xốp sử dụng phối liệu có độ ẩm lớn, khoảng 35 % và thành phần alumino silicat dạng sợi, xốp nên cấu trúc kém sít đặc, tạo bề mặt có độ nhám cao. Sợi alumino silicat có vai trò giữ nguyên cấu trúc bộ khung dạng tổ ong sau khi polyurethane foam phân hủy và tạo mối liên kết với các khoáng hình thành ở nhiệt độ thiêu kết.

Sản phẩm tạo thành cần có cấu trúc dạng tổ ong và độ xốp cao để có thể giữ xỉ và cho kim loại nóng chảy đi qua nên vai trò của sợi alumino silicat là rất quan trọng.

### 3.2. Đặc trưng cơ lý tính của gốm sứ silic cacbua

#### 3.2.1. Tỷ trọng của gốm sứ silic cacbua

Tỷ trọng của gốm sứ silic cacbua đo theo TCVN 6530-3:1999. Kết quả thể hiện trên các hình 3.

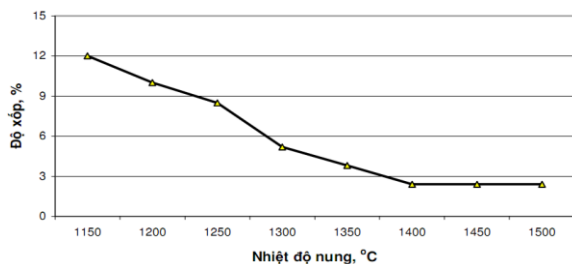


Hình 3: Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến tỷ trọng của gốm sứ silic cacbua

Từ hình trên nhận thấy, tỷ trọng tăng theo nhiệt độ và không đổi khi nhiệt độ là 1400 °C. Điều này chứng tỏ, gốm sứ silic cacbua được kết khối hoàn toàn và mức độ sít đặc của vật liệu là cao nhất.

#### 3.2.2. Độ xốp của gốm sứ silic cacbua

Độ xốp của gốm sứ silic cacbua đo theo TCVN 6530-3:1999. Kết quả thể hiện trên hình 4.



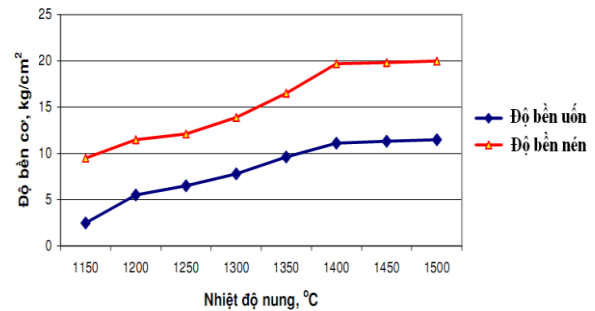
Hình 4: Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến độ xốp của gốm sứ silic cacbua

Hình trên cho thấy, độ xốp giảm theo nhiệt độ và

không đổi khi nhiệt độ là 1400 °C. Điều này phù hợp với kết quả đo tỷ trọng của sản phẩm.

#### 3.2.3. Độ bền uốn, độ bền nén của gốm sứ silic cacbua

Độ bền uốn, độ bền nén của gốm sứ silic cacbua đo trên máy đo vạn năng tại Trường Đại học Bách khoa Hà Nội. Kết quả thể hiện trên các hình 5.

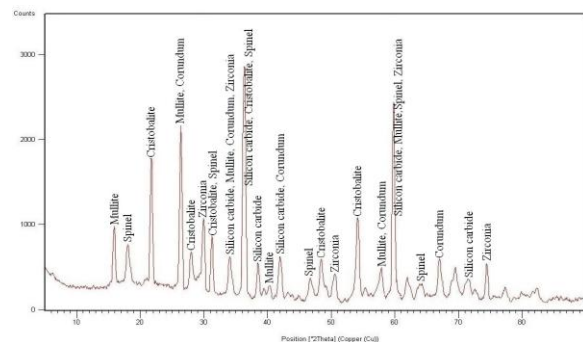


Hình 5: Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến độ bền uốn, độ bền nén của gốm sứ silic cacbua

Từ hình trên nhận thấy, độ bền uốn, độ bền nén tăng theo nhiệt độ và không đổi khi nhiệt độ là 1400 °C. Điều này phù hợp với kết quả đo được từ tỷ trọng của sản phẩm. Gốm sứ silic cacbua được kết khối hoàn toàn và mức độ sít đặc của vật liệu là cao nhất. Do đó, độ bền uốn và bền nén của sản phẩm là lớn nhất.

### 3.3. Thành phần pha của silic cacbua

Thành phần pha và hàm lượng các tinh thể của gốm sứ silic cacbua được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) cho kết quả trên hình 6.



Hình 6: Giảm đồ XRD của gốm sứ silic cacbua theo phương pháp dùng khuôn xốp

Từ phân tích X-ray xác định được kết quả gốm sứ hệ silic cacbua bao gồm pha tinh thể chính là silic cacbua SiC và các pha tinh thể: mulit  $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ , corundum  $Al_2O_3$ , spinen  $MgO \cdot Al_2O_3$ , cristobalit  $SiO_2$ , zirconia  $ZrO_2$ . Các pha trên hình thành do

phản ứng của  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  giữa alumina với cao lanh và talc; sự thay đổi thù hình của zircon silicat, alumina hay  $\text{SiO}_2$  ở nhiệt độ thiêu kết. Kết quả này phù hợp với các công trình đã công bố trên thế giới.

Sự có mặt của các pha tinh thể  $\text{SiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  làm sản phẩm có hệ số giãn nở nhiệt rất nhỏ. Điều này làm kích thước của sản phẩm gần như không thay đổi khi nhiệt độ thay đổi. Các pha tinh thể  $3\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO.Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  có trong sản phẩm làm tăng tính bền cơ cho vật liệu.

#### 4. KẾT LUẬN

Đã chế tạo thành công gốm sứ silic cacbua bằng phương pháp dùng khuôn xốp có cấu trúc dạng tổ ong.

Tỷ trọng tăng theo nhiệt độ nung sản phẩm. Khi sản phẩm đạt nhiệt độ kết khối, tỷ trọng không thay đổi. Độ bền uốn và bền nén của sản phẩm tỷ lệ thuận với tỷ trọng.

Sản phẩm có tỷ trọng thấp ( $d = 2,75 \text{ g/cm}^3$ ), độ xốp nhỏ (2,4 %) cho phép dung dịch lỏng đi qua, còn xỉ bị giữ lại trên bề mặt.

Sản phẩm có độ bền uốn và bền nén cao ( $11,5 \text{ kG/cm}^2$  và  $20 \text{ kG/cm}^2$ ) nên có độ bền cao khi sử dụng để làm phin lọc xỉ cho kim loại nóng chảy.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. U. F. Yogt, A. Herzog, T. Graule. *Macroporous*

*Silicon carbide Foams for Porous Burner Applications and Catalyst Supports*, Journal of Physics and Chemistry of Solids, **68**, 1234-1238 (2014).

2. G. Liu, Y. Wang, P. Dai. *Fabrication of Pure SiC Ceramic Foams using  $\text{SiO}_2$  as a Foaming agent via High Temperature*, Journal of Recrystallization Materials Science and Engineering, **528**, 2418-2422 (2011).
3. H. Chae, Y. W. Kim, M. Narisawa. *Porosity Control Of Porous Silicon Carbide Ceramics*, Journal of the European Ceramic Society, **29**, 2867-2872 (2009).
4. G. Johnston, M. Sahimi, T. Tsotsis. *Porous Silicon Carbide Sintered Substrates For High Temperature Membrane Ind.*, Eng. Chem. Res., **39**, 3264-3271 (2010).
5. S. Okazaki, T. Ishizawa, Japan. *Ceramic honeycomb filter and its production method*, US Patent 20140333000A1 (2014).
6. J. Adler, M. Teichgraber, USA. *Open-cell Silicon Carbide Foam Ceramic and Method for Production thereof*, US Patent 6887809 (2005).
7. G. Q. Jin, X. Y. Gou. *Synthesis and Characterization of Mesoporous Silicon Carbide*, Microporous Mesoporous Mater., **60**, 207-212 (2011).
8. Y. Lin, C. Tsang. *Fabrication of Mullite/SiC and Mullite/Zirconia/SiC composites by 'dual' in-situ reaction synthesis*, Journal of Materials Science and Engineering, **344**, 168-174 (2012).

Liên hệ: **Trần Văn Cương**

Viện Hoá học - Vật liệu

Viện Khoa học và Công nghệ quân sự

Số 17, Hoàng Sâm, Nghĩa Đô, Cầu Giấy, Hà Nội

E-mail: chemist\_1207@yahoo.com.