



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114213131 A

(43) 申请公布日 2022.03.22

(21) 申请号 202210159922.1

(22) 申请日 2022.02.22

(71) 申请人 鼎固新材料(天津)有限公司
地址 301800 天津市宝坻区朝霞街道中关村大道与西环北路交口中关村科技城展示中心211-16室

(72) 发明人 刘桂荣 苏国平 刘新元 苏浩然 胡振华

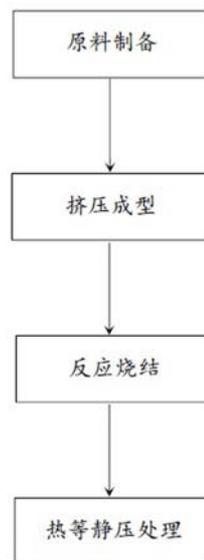
(74) 专利代理机构 天津市鼎拓知识产权代理有限公司 12233
代理人 李冬梅

(51) Int. Cl.
C04B 35/573 (2006.01)
C04B 35/634 (2006.01)
C04B 35/66 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页 附图5页

(54) 发明名称
一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法

(57) 摘要
本申请提供一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法,属于陶瓷材料技术领域,对烧结后的烧结坯料进行热等静压处理,进一步提高了辊棒材料的致密度,按质量百分比计由以下成分制成:第一粒度碳化硅微粉8~14%、第二粒度碳化硅微粉8~20%、第三粒度碳化硅微粉30~40%、第四粒度碳化硅微粉20~40%、炭黑2~8%、石墨2~8%。本申请制备的辊道窑用碳化硅辊棒材料密度为 $3.02\sim 3.08\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度 $260\sim 304\text{MPa}$, 1200°C 抗弯强度为 $300\sim 330\text{MPa}$,使用寿命达到12个月以上,具有致密度高、抗弯强度高、游离硅数量少、气孔率低、使用寿命长的特点,而且制备工艺简单,适合批量化生产。



1. 一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,对烧结后的烧结坯料,进行热等静压处理。

2. 根据权利要求1所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

向混合均匀的原料粉中加入粘结剂,经搅拌、炼制、陈腐后,得到泥料;

对所述泥料进行挤压,得到挤压坯,经烘干后,得到预制坯;

对所述预制坯进行反应烧结,得到烧结坯料;

对所述烧结坯料进行热等静压处理,得到辊棒材料。

3. 根据权利要求1或2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,热等静压处理温度 $1300\sim 1500^{\circ}\text{C}$,处理压力 120MPa ,保温保压 $1\sim 3\text{h}$ 。

4. 根据权利要求1或2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,热等静压处理在氩气气氛下进行。

5. 根据权利要求1或2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,原料粉按质量百分比计,包括粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉 $8\sim 14\%$ 、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉 $8\sim 20\%$ 、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉 $30\sim 40\%$ 、粒度为 $98\sim 100\mu\text{m}$ 的第四粒度碳化硅微粉 $20\sim 40\%$ 、 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑 $2\sim 8\%$ 、 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨 $2\sim 8\%$,其余为不可避免的杂质。

6. 根据权利要求2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,所述粘结剂为聚乙烯吡咯烷酮水溶液。

7. 根据权利要求6所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,按质量百分比计,所述聚乙烯吡咯烷酮水溶液由质量为所述原料粉质量的 10% 的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的 15% 的去离子水组成。

8. 根据权利要求2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,所述挤压坯的相对密度为 $60\sim 70\%$ 。

9. 根据权利要求2所述的一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,其特征在于,所述对所述预制坯进行反应烧结,得到烧结坯料步骤中,先用硅粉包埋所述预制坯,然后在真空气氛下反应烧结。

10. 一种辊道窑用碳化硅辊棒材料,其特征在于,按质量百分比计由以下成分制成:粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉 $8\sim 14\%$ 、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉 $8\sim 20\%$ 、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉 $30\sim 40\%$ 、粒度为 $98\sim 100\mu\text{m}$ 的第四粒度碳化硅微粉 $20\sim 40\%$ 、 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑 $2\sim 8\%$ 、 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨 $2\sim 8\%$,其余为不可避免的杂质。

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及陶瓷材料技术领域,特别涉及一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 辊棒是辊道窑中关键的耐火材料,在窑炉中起承载和传送产品的作用。随着陶瓷产业和新能源产业的发展,辊道窑在建筑陶瓷、卫生陶瓷、日用瓷及特种陶瓷以及锂电池和光伏行业中有着许多广泛的应用,对窑炉中所使用的辊棒材料的要求在不断提高,特别是对辊棒的强度和高温力学性能提出了更新的要求。传统的氧化铝陶瓷辊棒由于材料抗热震稳定性差、高温时容易开裂、使用温度等限制,无法满足高负荷工况使用要求。专利CN1287987A采用碳化硅、氧化铝、氧化硅、氧化镁为原料,采用挤压、真空烧结的方式,辊棒材料的密度及强度偏低,使用寿命偏短。

发明内容

[0003] 鉴于现有技术中的上述缺陷或不足,本申请旨在提供一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法,解决辊道窑用碳化硅辊棒致密度低、抗弯强度低、使用寿命短的问题,更好的满足辊道窑用碳化硅辊棒的使用需求。

[0004] 第一方面,本申请提供一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备方法,对反应烧结后的烧结坯料,进行热等静压处理。

[0005] 具体的,在传统的反应烧结过程中,高温下液态硅在毛细管力作用下渗入预制坯中,与预制坯中的碳反应生成碳化硅,并原位结合预制坯中原位配入的碳化硅微粉颗粒,但渗入的硅不能完全反应,仍会有一部分残余硅存在烧结坯料中,以游离硅的形式存在于烧结坯料中。而采用热等静压机对所述烧结坯料进行热等静压处理,主要作用包括两个方面:一是在高温高压条件下,可使烧结坯料中残留的游离硅与剩余的碳发生反应生成碳化硅,从而进一步降低游离硅的数量;二是在热等静压作用下,还可以将烧结坯料内部微孔压缩致密化,从而进一步提高碳化硅辊棒材料的致密度,进而提高辊棒材料在高温条件下的使用寿命。

[0006] 优选的,所述制备方法包括以下步骤:

向混合均匀的原料粉中加入粘结剂,经搅拌、练制、陈腐后,得到泥料;

对所述泥料进行挤压,得到挤压坯,经烘干后,得到预制坯;

对所述预制坯进行反应烧结,得到烧结坯料;

对所述烧结坯料进行热等静压处理,得到辊棒材料。

[0007] 优选的,热等静压处理温度1300~1500℃,处理压力120MPa,保温保压1~3h。

[0008] 优选的,热等静压处理在氩气气氛下进行。

[0009] 优选的,原料粉按质量百分比计,包括粒度为3.5~4μm的第一粒度碳化硅微粉8~14%、粒度为9~10μm的第二粒度碳化硅微粉8~20%、粒度为48~50μm的第三粒度碳化硅微粉30

~40%、粒度为98~100 μm 的第四粒度碳化硅微粉20~40%、20~50nm炭黑2~8%、2.5~3.2 μm 石墨2~8%，其余为不可避免的杂质。

[0010] 具体的，所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉的粒度均为费氏粒度。采用不同粒度级别的碳化硅微粉搭配，混合后可以降低碳化硅微粉之间的接触距离，降低所述原料粉的孔隙率和孔隙尺寸，然后通过添加微米级石墨及纳米级炭黑，与埋覆的硅粉反应，生成碳化硅。新生成的碳化硅原位结合预制坯中原位配入的碳化硅微粉颗粒，通过后期热等静压处理，在高温高压下，烧结坯料中剩余的游离硅与游离碳反应，减少了游离硅含量，另外，热等静压处理也进一步降低了烧结坯料内部的微孔数量，从而提高最终碳化硅辊棒材料的烧结密度。

[0011] 优选的，所述粘结剂为聚乙烯吡咯烷酮水溶液。

[0012] 具体的，向所述原料粉加入聚乙烯吡咯烷酮水溶液后，搅拌3~6h，再进行陈腐12h。

[0013] 优选的，按质量百分比计，所述聚乙烯吡咯烷酮水溶液由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成。

[0014] 优选的，所述挤压坯的相对密度为60~70%。

[0015] 具体的，所述挤压坯在40~120 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干10~15h后，得到所述预制坯。

[0016] 优选的，所述对所述预制坯进行反应烧结，得到烧结坯料步骤中，先用硅粉包埋所述预制坯，然后在真空气氛下反应烧结。

[0017] 具体的，用硅粉包埋所述预制坯，放入烧结炉，抽真空并在1600~1750 $^{\circ}\text{C}$ 下保温2~4h，取出后得到烧结坯料。在烧结过程中，所述硅粉在1600~1750 $^{\circ}\text{C}$ 融化成液态，液态硅在高温毛细管力作用下渗入含碳预制坯中，并与碳反应生成碳化硅，新生成的碳化硅原位结合预制坯中的碳化硅微粉颗粒，最后浸渗硅填充预制坯中剩余孔洞，完成致密化过程。

[0018] 第二方面，本申请提供一种辊道窑用碳化硅辊棒材料，按质量百分比计由以下成分制成：粒度为3.5~4 μm 的第一粒度碳化硅微粉8~14%、粒度为9~10 μm 的第二粒度碳化硅微粉8~20%、粒度为48~50 μm 的第三粒度碳化硅微粉30~40%、粒度为98~100 μm 的第四粒度碳化硅微粉20~40%、20~50nm炭黑2~8%、2.5~3.2 μm 石墨2~8%，其余为不可避免的杂质。

[0019] 具体的，炭黑的颗粒度是纳米级的，较细，石墨是微米级的，较粗，它们与液态硅反应后，形成的碳化硅颗粒度大小不同，这样可以使材料颗粒匹配合理，密度更高，强度更大。

[0020] 综上，本申请公开有一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法，基于上述方案产生的有益效果是，通过对烧结后得到烧结坯料进行热等静压处理，进一步减少了所述烧结坯料内游离硅数量，降低了所述烧结坯料内部的气孔率，提高碳化硅辊棒材料的致密度，从而提高辊棒材料的室温及高温抗弯强度，进而提高采用所述辊棒材料制作的辊道窑用辊棒的使用寿命，而采用4种不同粒度的碳化硅微粉搭配制备碳化硅辊棒材料，可以充分降低相邻碳化硅微粉之间的接触距离，从而降低材料的孔隙率和孔隙尺寸，提高烧结坯料致密度。本申请制备出的碳化硅辊棒材料经检测，密度为3.02~3.08 g/cm^3 ，室温抗弯强度260~304MPa，1200 $^{\circ}\text{C}$ 抗弯强度为300~330MPa，使用寿命达到12个月以上，具有致密度高、游离硅数量少、气孔率低、抗弯强度高、使用寿命长的特点，可以更好的满足辊道窑用碳化硅辊棒的使用需求，解决了辊道窑用碳化硅辊棒致密度低、抗弯强度低、使用寿命短等问题，而且制备工艺简单、适宜批量生产。

[0021] 本申请还具有以下优点：

(1) 制备原料采用常规不同粒度的碳化硅微粉、石墨粉、炭黑粉,易于在市场中购买;

(2) 制备工艺为粉末冶金工艺,简单易于操作;

(3) 制备的辊道窑用碳化硅辊棒材料,成分中无对环境有害元素,不会造成环境污染,制备工艺简单,适合批量化生产。

附图说明

[0022] 图1为一种辊道窑用碳化硅辊棒材料制备工艺流程图。

[0023] 图2为本申请实施例1辊道窑用碳化硅辊棒材料100倍的微观组织图。

[0024] 图3为本申请实施例1辊道窑用碳化硅辊棒材料1000倍的微观组织图。

[0025] 图4为本申请对比例1辊道窑用碳化硅辊棒材料1000倍的微观组织图。

[0026] 图5为本申请对比例2辊道窑用碳化硅辊棒材料1000倍的微观组织图。

具体实施方式

[0027] 下面结合实施例对本申请作进一步的详细说明。可以理解的是,此处所描述的具体实施例仅仅用于解释本申请,而非对本申请的限定。对本领域技术人员,除非另外定义,这里使用的所有术语(包括技术术语和科学术语)具有与本发明所属领域中的普通技术人员的一般理解相同的意义。下面结合实施例来详细说明本申请。

[0028] 实施例1

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料,按质量百分比计由以下成分制成:粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉8%、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉8%、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉40%、粒度为 $98\sim 100\mu\text{m}$ 的第四粒度碳化硅微粉40%、粒度为 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑2%、粒度为 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨2%,其余为不可避免的杂质。

[0029] 所述辊棒材料的制备工艺流程如图1所示,具体制备过程包括以下步骤:

原料配制:

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合3h,得到原料粉,然后将原料粉倒入捏合机,再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,在捏合机中搅拌混合3h,然后再倒入练泥机进行练制,练制后进行陈腐12h,得到挤压用泥料;

挤压成型:

将所述泥料放入挤压机,根据需要尺寸选择合适的模具,经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯,所述挤压坯相对密度为60%,然后将所述挤压坯在 40°C 下烘干10h,得到预制坯;

反应烧结:

将所述预制坯包埋在硅粉中,并放入烧结炉,抽真空并加热至 1600°C ,然后保温2h,使所述预制坯在真空气氛下反应烧结,得到烧结坯料;

热等静压处理:

将所述烧结坯料放入热等静压机中,充入氩气,并加热至 1300°C ,加压至120MPa,

使所述烧结坯料在氩气气氛下,保温保压1h,得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0030] 经测试,所述辊棒材料密度为 $3.02\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度为260MPa,1200℃抗弯强度为300MPa,其微观组织如图2、图3所示,从图中可以看出,经过热等静压处理后,孔隙全部消失。游离硅含量为8%,气孔率为0,其中游离硅含量和气孔率均优于GB/T21944.3-2008标准要求。经实际使用测试,采用该工艺制备的辊棒材料制作的碳化硅辊棒使用寿命达到12~15个月。

[0031] 实施例2

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料,按质量百分比计由以下成分制成:粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉14%、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉20%、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉30%、粒度为 $98\sim 100\mu\text{m}$ 的第四粒度碳化硅微粉20%、粒度为 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑8%、粒度为 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨8%,其余为不可避免的杂质。

[0032] 所述辊棒材料的制备工艺流程如图1所示,具体制备过程包括以下步骤:

原料配制:

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合5h,得到原料粉,然后将原料粉倒入捏合机,再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,在捏合机中搅拌混合6h,然后再倒入练泥机进行练制,练制后进行陈腐12h,得到挤压用泥料;

挤压成型:

将所述泥料放入挤压机,根据需要尺寸选择合适的模具,经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯,所述挤压坯相对密度为70%,然后将所述挤压坯在100℃下烘干15h,得到预制坯;

反应烧结:

将所述预制坯包埋在硅粉中,并放入烧结炉,抽真空并加热至1750℃,然后保温4h,使所述预制坯在真空气氛下反应烧结,得到烧结坯料;

热等静压处理:

将所述烧结坯料放入热等静压机中,充入氩气,并加热至1500℃,加压至120MPa,使所述烧结坯料在氩气气氛下,保温保压3h,得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0033] 经测试,所述辊棒材料密度为 $3.08\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度为304MPa,1200℃抗弯强度为330MPa,其微观组织与实施例1相似,不再重复列示。游离硅含量为6%,气孔率为0,其中游离硅含量和气孔率均优于GB/T21944.3-2008标准要求。

[0034] 实施例3

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料,按质量百分比计由以下成分制成:粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉10%、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉15%、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉35%、粒度为 $98\sim 100\mu\text{m}$ 的第四粒度碳化硅微粉30%、粒度为 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑5%、粒度为 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨5%,其余为不可避免的杂质。

[0035] 所述辊棒材料的制备工艺流程如图1所示,具体制备过程包括以下步骤:

原料配制：

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合4h，得到原料粉，然后将原料粉倒入捏合机，再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液，在捏合机中搅拌混合4h，然后再倒入练泥机进行练制，练制后进行陈腐12h，得到挤压用泥料；

挤压成型：

将所述泥料放入挤压机，根据需要尺寸选择合适的模具，经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯，所述挤压坯相对密度为65%，然后将所述挤压坯在80℃下烘干12h，得到预制坯；

反应烧结：

将所述预制坯包埋在硅粉中，并放入烧结炉，抽真空并加热至1650℃，然后保温3h，使所述预制坯在真空气氛下反应烧结，得到烧结坯料；

热等静压处理：

将所述烧结坯料放入热等静压机中，充入氩气，并加热至1400℃，加压至120MPa，使所述烧结坯料在氩气气氛下，保温保压2h，得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0036] 经测试，所述辊棒材料密度为3.04g/cm³，室温抗弯强度为300MPa，1200℃抗弯强度为330MPa，其微观组织与实施例1相似，不再重复列示。游离硅含量为7%，气孔率小于0，其中游离硅含量和气孔率均优于GB/T21944.3-2008标准要求。

[0037] 实施例4

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料，按质量百分比计由以下成分制成：粒度为3.5~4μm的第一粒度碳化硅微粉12%、粒度为9~10μm的第二粒度碳化硅微粉13%、粒度为48~50μm的第三粒度碳化硅微粉32%、粒度为98~100μm的第四粒度碳化硅微粉33%、粒度为20~50nm炭黑6%、粒度为2.5~3.2μm石墨4%，其余为不可避免的杂质。

[0038] 所述辊棒材料的制备工艺流程如图1所示，具体制备过程包括以下步骤：

原料配制：

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合3.5h，得到原料粉，然后将原料粉倒入捏合机，再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液，在捏合机中搅拌混合5h，然后再倒入练泥机进行练制，练制后进行陈腐12h，得到挤压用泥料；

挤压成型：

将所述泥料放入挤压机，根据需要尺寸选择合适的模具，经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯，所述挤压坯相对密度为64%，然后将所述挤压坯在90℃下烘干14h，得到预制坯；

反应烧结：

将所述预制坯包埋在硅粉中，并放入烧结炉，抽真空并加热至1700℃，然后保温3.5h，使所述预制坯在真空气氛下反应烧结，得到烧结坯料；

热等静压处理：

将所述烧结坯料放入热等静压机中，充入氩气，并加热至1450℃，加压至120MPa，使所述烧结坯料在氩气气氛下，保温保压2.5h，得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0039] 经测试，所述辊棒材料密度为3.05g/cm³，室温抗弯强度为280MPa，1200℃抗弯强度为320MPa，其微观组织与实施例1相似，不再重复列示。游离硅含量为6%，气孔率为0，其中游离硅含量和气孔率均优于GB/T21944.3-2008标准要求。

[0040] 实施例5

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料，按质量百分比计由以下成分制成：粒度为3.5~4μm的第一粒度碳化硅微粉13%、粒度为9~10μm的第二粒度碳化硅微粉12%、粒度为48~50μm的第三粒度碳化硅微粉33%、粒度为98~100μm的第四粒度碳化硅微粉32%、粒度为20~50nm炭黑4%、粒度为2.5~3.2μm石墨6%，其余为不可避免的杂质。

[0041] 所述辊棒材料的制备工艺流程如图1所示，具体制备过程包括以下步骤：

原料配制：

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合4.5h，得到原料粉，然后将原料粉倒入捏合机，再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液，在捏合机中搅拌混合3.5h，然后再倒入练泥机进行练制，练制后进行陈腐12h，得到挤压用泥料；

挤压成型：

将所述泥料放入挤压机，根据需要尺寸选择合适的模具，经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯，所述挤压坯相对密度为68%，然后将所述挤压坯在120℃下烘干12h，得到预制坯；

反应烧结：

将所述预制坯包埋在硅粉中，并放入烧结炉，抽真空并加热至1680℃，然后保温4h，使所述预制坯在真空气氛下反应烧结，得到烧结坯料；

热等静压处理：

将所述烧结坯料放入热等静压机中，充入氩气，并加热至1500℃，加压至120MPa，使所述烧结坯料在氩气气氛下，保温保压3h，得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0042] 经测试，所述辊棒材料密度为3.06g/cm³，室温抗弯强度为300MPa，1200℃抗弯强度为330MPa，其微观组织与实施例1相似，不再重复列示。游离硅含量为6.5%，气孔率为0，其中游离硅含量和气孔率均优于GB/T21944.3-2008标准要求。

[0043] 对比例1

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料，按质量百分比计由以下成分制成：粒度为3.5~4μm的第一粒度碳化硅微粉8%、粒度为9~10μm的第二粒度碳化硅微粉8%、粒度为48~50μm的第三粒度碳化硅微粉40%、粒度为98~100μm的第四粒度碳化硅微粉40%、粒度为20~50nm炭黑2%、粒度为2.5~3.2μm石墨2%，其余为不可避免的杂质。

[0044] 具体制备过程包括以下步骤：

原料配制：

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述第四粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合3h,得到原料粉,然后将原料粉倒入捏合机,再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,在捏合机中搅拌混合3h,然后再倒入练泥机进行练制,练制后进行陈腐12h,得到挤压用泥料;

挤压成型：

将所述泥料放入挤压机,根据需要尺寸选择合适的模具,经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯,所述挤压坯相对密度为60%,然后将所述挤压坯在40℃下烘干10h,得到预制坯;

反应烧结：

将所述预制坯包埋在硅粉中,并放入烧结炉,抽真空并加热至1600℃,然后保温2h,使所述预制坯在真空气氛下反应烧结,得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊棒材料。

[0045] 经测试,所述辊棒材料密度为 $3.00\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度为220MPa,1200℃抗弯强度为260MPa,游离硅含量为14%,气孔率为0.3%,其微观组织如图4所示。经实际使用测试,采用该工艺制备的辊棒材料制作的碳化硅辊棒使用寿命为8个月。

[0046] 对比例2

一种辊道窑用碳化硅辊棒材料,按质量百分比计由以下成分制成:粒度为 $3.5\sim 4\mu\text{m}$ 的第一粒度碳化硅微粉18%、粒度为 $9\sim 10\mu\text{m}$ 的第二粒度碳化硅微粉18%、粒度为 $48\sim 50\mu\text{m}$ 的第三粒度碳化硅微粉60%、粒度为 $20\sim 50\text{nm}$ 炭黑2%、粒度为 $2.5\sim 3.2\mu\text{m}$ 石墨2%,其余为不可避免的杂质。

[0047] 具体制备过程包括以下步骤：**原料配制：**

取所述第一粒度碳化硅微粉、所述第二粒度碳化硅微粉、所述第三粒度碳化硅微粉、所述炭黑、所述石墨放入混料器中进行搅拌混合3h,得到原料粉,然后将原料粉倒入捏合机,再加入由质量为所述原料粉质量的10%的聚乙烯吡咯烷酮和质量为所述原料粉质量的15%的去离子水组成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,在捏合机中搅拌混合3h,然后再倒入练泥机进行练制,练制后进行陈腐12h,得到挤压用泥料;

挤压成型：

将所述泥料放入挤压机,根据需要尺寸选择合适的模具,经挤压机挤压后制成需要形状的挤压坯,所述挤压坯相对密度为60%,然后将所述挤压坯在40℃下烘干10h,得到预制坯;

反应烧结：

将所述预制坯埋在硅粉中,并放入烧结炉,抽真空并加热至1600℃,然后保温2h,使所述预制坯在真空气氛下反应烧结,得到烧结坯料;

热等静压处理：

将所述烧结坯料放入热等静压机中,充入氩气,并加热至1300℃,加压至120MPa,使所述烧结坯料在氩气气氛下,保温保压1h,得到用于加工制作辊道窑用辊棒的碳化硅辊

棒材料。

[0048] 经测试,所述辊棒材料密度为 $3.01\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度为 230MPa , 1200°C 抗弯强度为 280MPa ,游离硅含量为 10% ,气孔率为 0.1% ,其微观组织如图5所示。经实际使用测试,采购该工艺制备的辊棒材料制作的碳化硅辊棒使用寿命为9个月。

[0049] 对比分析实施例1与对比例1,可以看出,在原料及配比相同的条件下,对比例1只进行反应烧结而未进行热等静压处理的碳化硅辊棒材料,其密度、室温抗弯强度、高温抗弯强度均低于实施例1经过热等静压处理的碳化硅辊棒材料,而且游离硅含量及气孔率也均高于实施例1经过热等静压处理的碳化硅辊棒材料,而经过时间测试,对比例1未进行热等静压处理的碳化硅辊棒材料的使用寿命为8个月,明显偏低。说明在辊棒材料成分及配比相同的条件下,经过热等静压处理的辊棒材料具有更优良的性能,使用寿命也大大增加。

[0050] 对比分析实施例1与对比例2,可以看出,在制备工艺相同的条件下,对比例2采用3种粒度的碳化硅微粉制备碳化硅辊棒材料,由于碳化硅粒度组分发生了变化,制备的辊棒材料,密度、室温抗弯强度、高温抗弯强度均低于实施例1采用4种粒度的碳化硅微粉制备的碳化硅辊棒材料,而且游离硅含量及气孔率也均高于实施例1制备的碳化硅辊棒材料,而经过时间测试,对比例2制备的碳化硅辊棒材料的使用寿命为9个月,明显偏低。说明在制备工艺相同的条件下,采用4种粒度的碳化硅微粉制备的辊棒材料具有更优良的性能,使用寿命也大大增加。

[0051] 综合以上实施例可以看出,本申请提供一种辊道窑用碳化硅辊棒材料及其制备方法,通过对烧结后得到烧结坯料进行热等静压处理,进一步减少了所述烧结坯料内游离硅数量,降低了所述烧结坯料内部的气孔率,提高碳化硅辊棒材料的致密度,从而提高辊棒材料的室温及高温抗弯强度,进而提高采用所述辊棒材料制作的辊道窑用辊棒的使用寿命,而采用4种不同粒度的碳化硅微粉搭配制备碳化硅辊棒材料,可以充分降低相邻碳化硅微粉之间的接触距离,从而降低材料的孔隙率和孔隙尺寸,提高烧结坯料致密度。本申请制备出的碳化硅辊棒材料经检测,密度为 $3.02\sim 3.08\text{g}/\text{cm}^3$,室温抗弯强度 $260\sim 304\text{MPa}$, 1200°C 抗弯强度为 $300\sim 330\text{MPa}$,使用寿命达到12个月以上,具有致密度高、游离硅数量少、气孔率低、抗弯强度高、使用寿命长的特点,可以更好的满足辊道窑用碳化硅辊棒的使用需求,解决了辊道窑用碳化硅辊棒致密度低、抗弯强度低、使用寿命短等问题,而且制备工艺简单、适宜批量生产。

[0052] 本申请的上述实施例仅仅是为清楚地说明本申请所作的举例,而并非是对本申请的实施方式的限定,对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动,这里无法对所有的实施方式予以穷举,凡是属于本申请的技术方案所引申出的显而易见的变化或者变动仍处于本申请的保护范围之列。

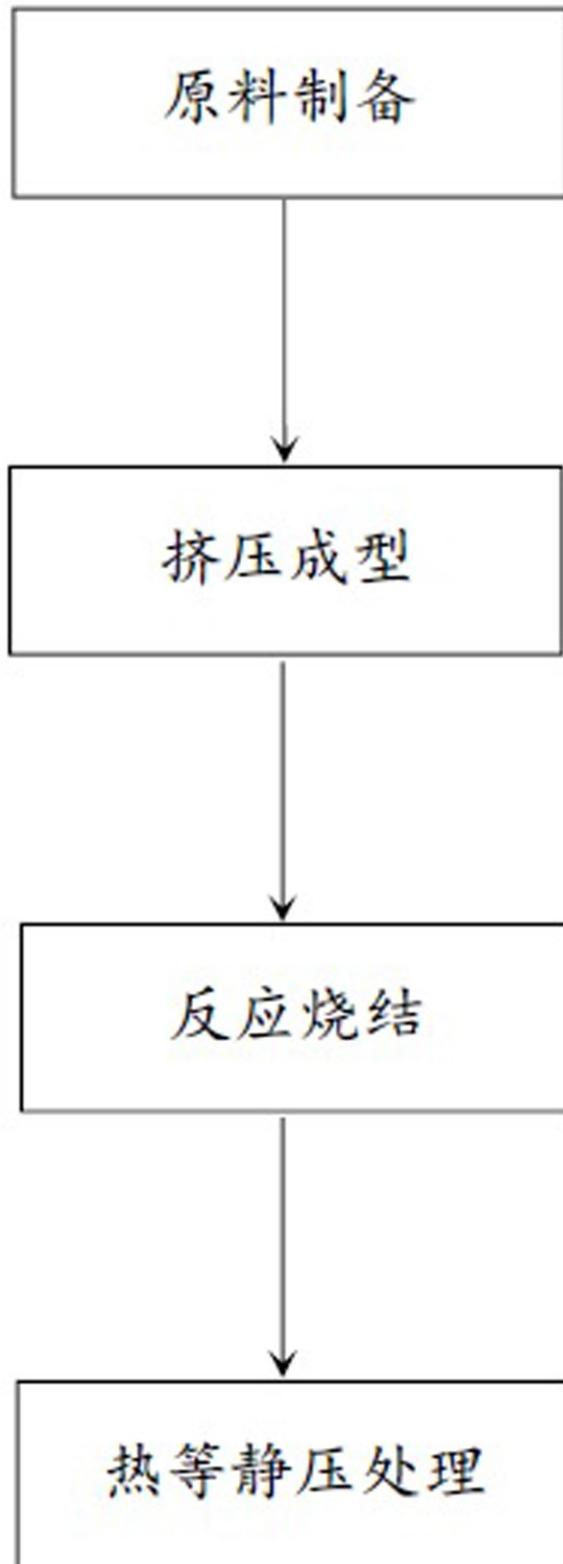


图1

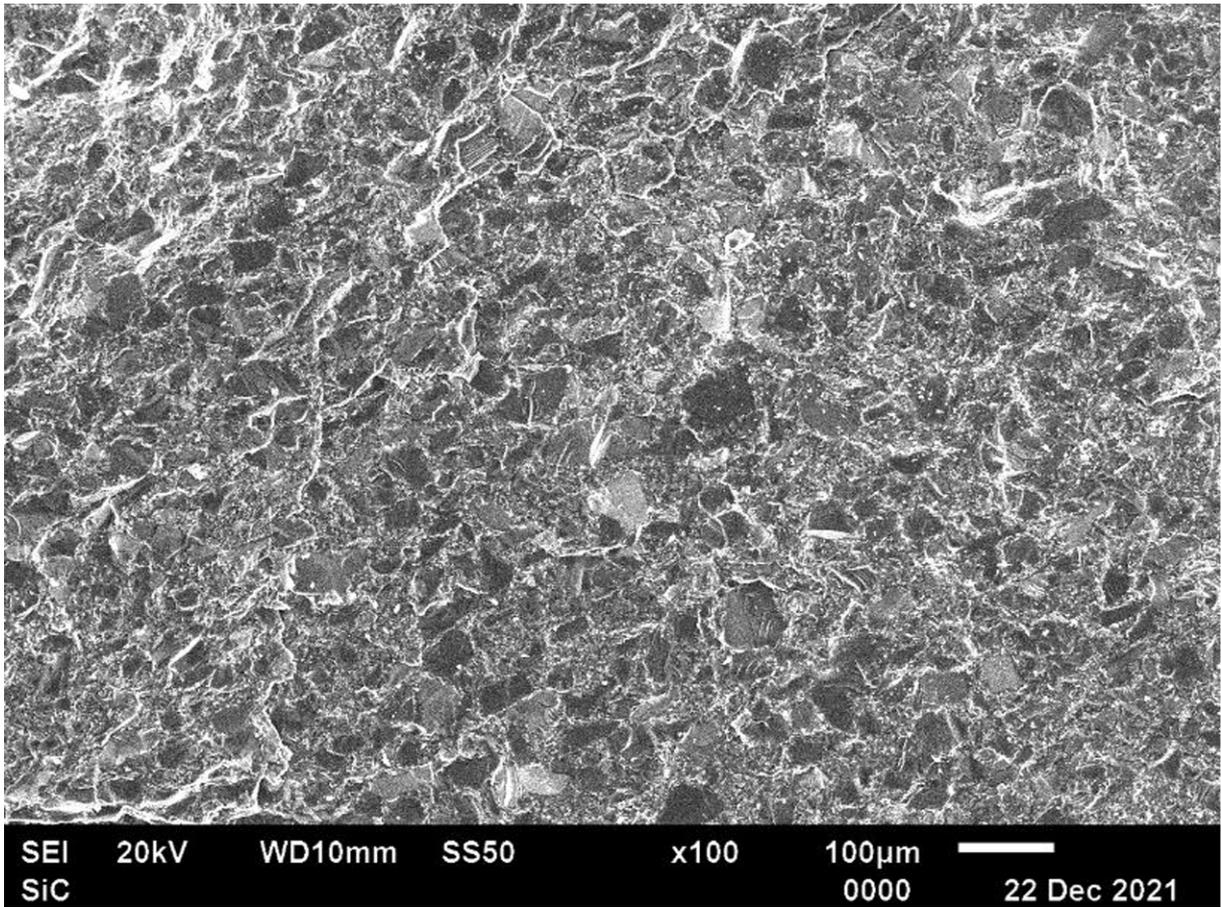


图2

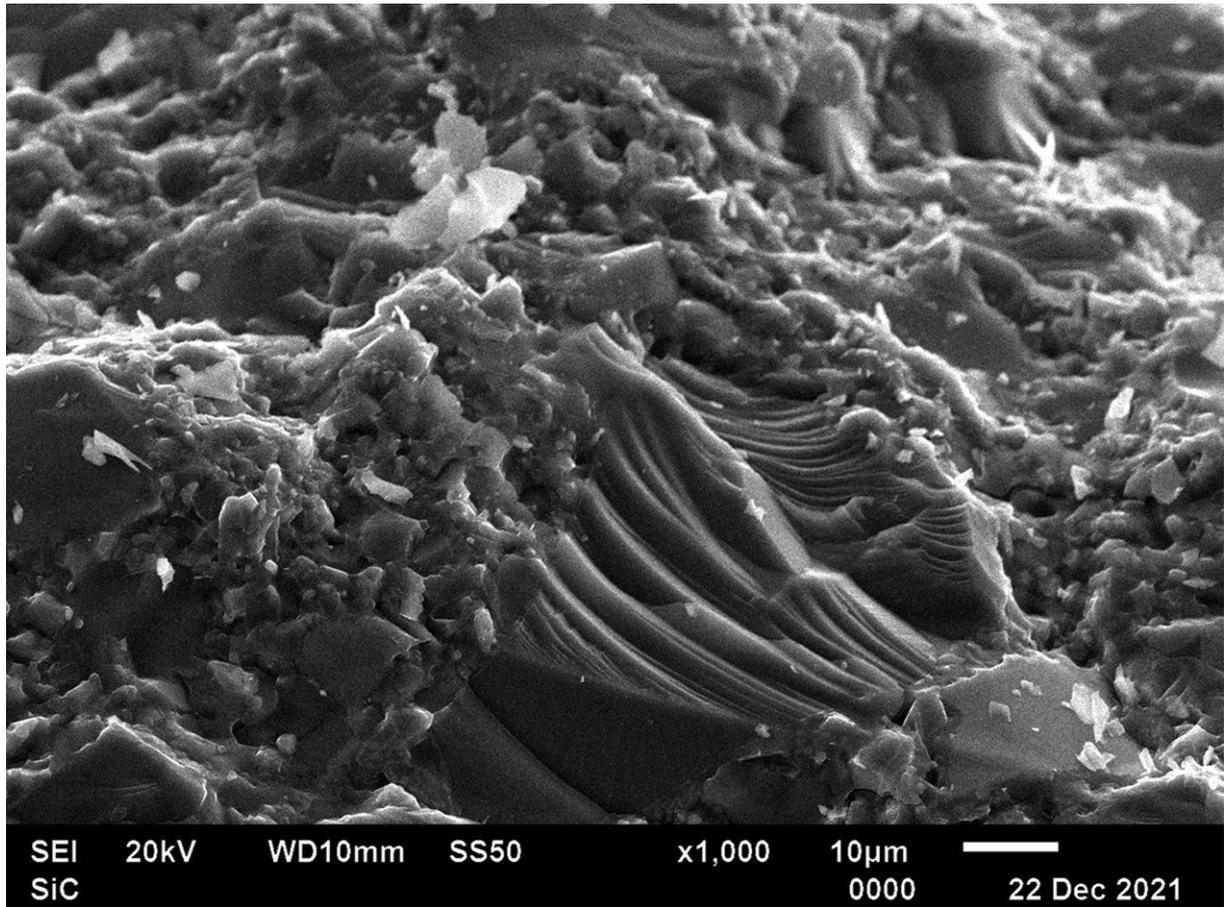


图3

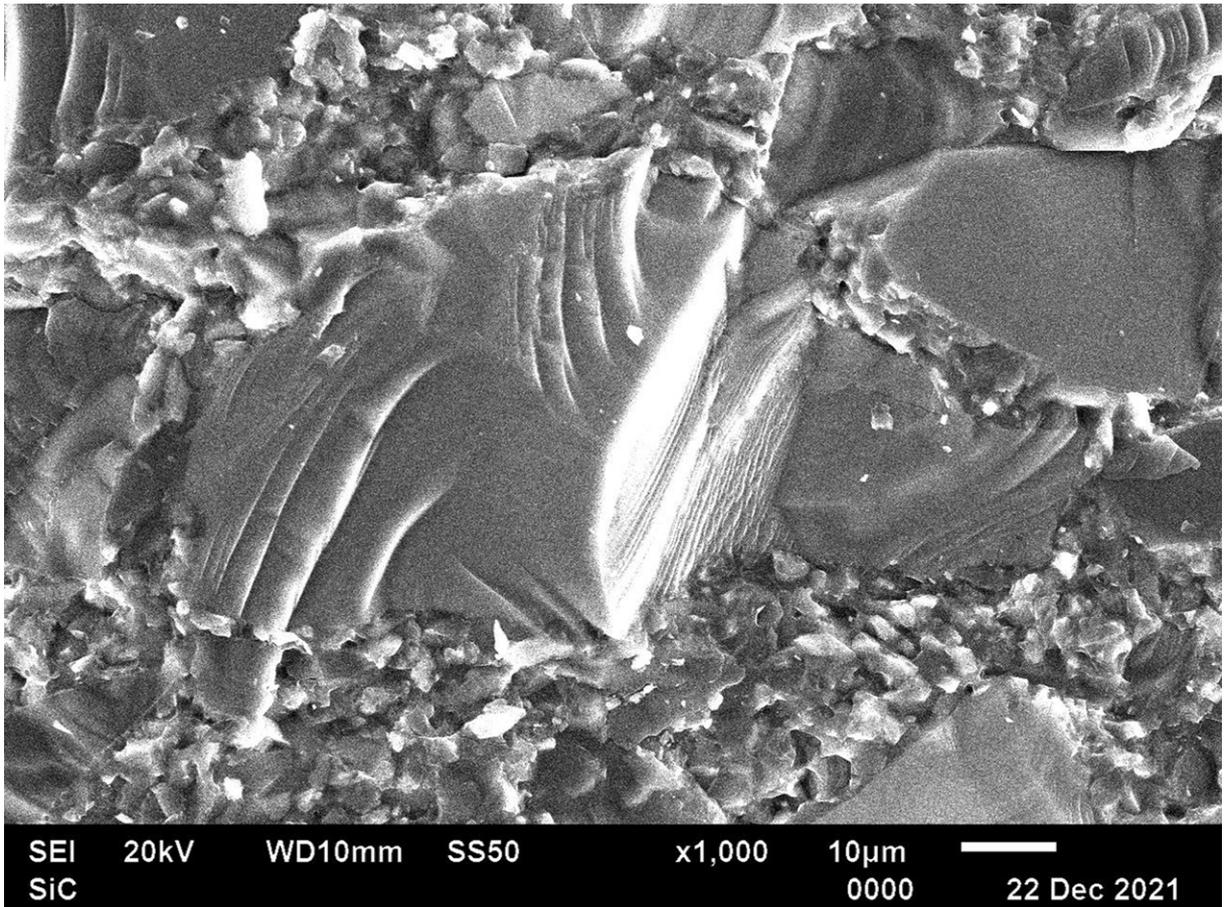


图4

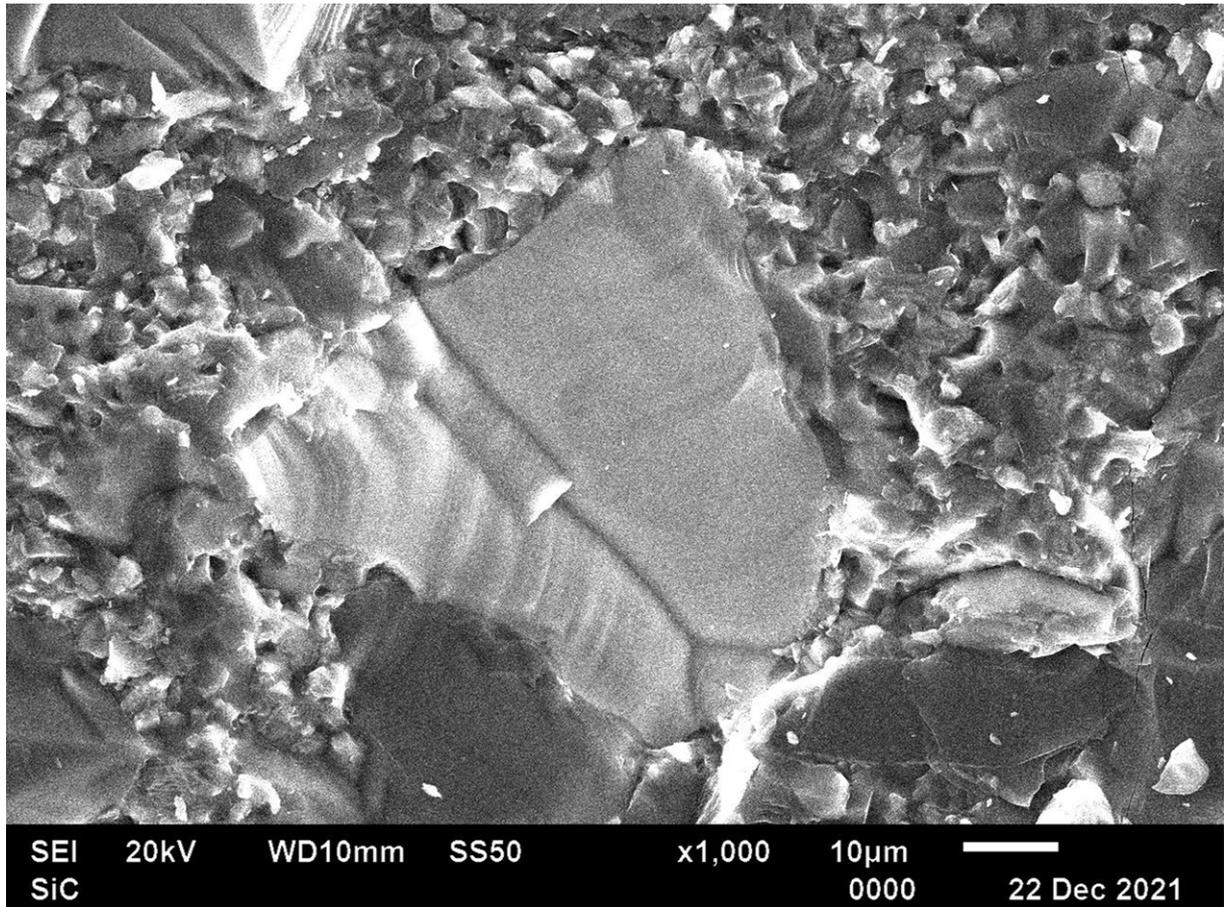


图5