

Badania nad wpływem rozkładu uziarnienia proszku Al_2O_3 na gęstość wyrobów ceramicznych

Tworzywa wysokokorundowe - ciała polikrystaliczne otrzymywane metodą spiekania mieszanin składników mineralnych wśród których podstawowym składnikiem jest $\alpha - Al_2O_3$ - należą do podstawowych materiałów dielektrycznych stosowanych w przemyśle elektronicznym. Charakterystyka ziarnowa proszków tlenku glinowego ma decydujący wpływ na technologię wytwarzania dielektryków. Ogólnym dążeniem przy produkcji wyrobów wysokokorundowych jest osiągnięcie maksymalnej gęstości /dla określonego składu surowcowego tworzywa/, co gwarantuje, w większości przypadków, uzyskanie odpowiednio wysokich własności fizycznych tworzywa.

Jak już wielokrotnie stwierdzano [1, 3, 5] gęstość końcowa tworzywa jest proporcjonalna do jego gęstości w stanie niespieczonym, a więc zależna od stopnia upakowania ziarn proszku tlenku glinowego. W przypadku ziarn jednorodnych /kule o takiej samej średnicy/ możliwe jest uzyskanie różnego stopnia upakowania, który według Stabnikowa [6] można wyrazić porowatością i przedstawić wzorem:

$$\varepsilon = \frac{\pi}{12 \sin \frac{\varphi}{2} \cdot \sqrt{\sin \frac{3\varphi}{2} \cdot \sin \frac{\varphi}{2}}}$$

φ - ostry kąt płaski między liniami łączącymi środki sąsiednich kul.

Warunkami brzegowymi dla tego wyrażenia są:

$\varepsilon_{\max} = 47,64\%$ przy $\varphi = 90^\circ$ - regularne ułożenie kul

$\varepsilon_{\min} = 25,95\%$ przy $\varphi = 60^\circ$ - tetraedryczne ułożenie kul.

W układach granulometrycznych rzeczywistych, uzyskiwanych metodą rozdrabniania, występuje zbiór ziarn o średnicach ciągłych $d_{\max} \neq d_{\min}$. Dla takiego przypadku w pracy [4] przedstawiono wzór wyprowadzony przez Furnasa, określający zależność między upakowaniem a rozkładem ziarnowym:

$$\frac{\% \text{ sumacyjny}}{100} = \left(\frac{d}{d_{\max}} \right)^n$$

d - średnica ziarn frakcji dla określonego % sumacyjnego,

d_{\max} - maksymalna średnica ziarn w danym zbiorze,

n - wykładnik charakteryzujący stopień upakowania.

Lecrivain [4] uważa, że przy wykładniku $n = 0,3$ uzyskuje się układy ziarnowe najbardziej zagęszczone.

Z uwagi na logarytmiczno normalne rozkłady wielkości ziarn, jakie uzyskuje się w procesie mielenia [2] /krzywe dzwonowe Gaussa w układzie $dG/dd = f/d/$, można

charakteryzować stopień upakowania wykładnikiem n dla % sumacyjnego równego 50%. Wzór Furnasa nie przyjmuje poprawki na rzeczywisty kształt ziarna.

Przeprowadzono badania mające na celu skonfrontowanie wyżej wymienionego wzoru z praktyką.

Do badań użyto tlenek glinu TG-0 /PN-66/H-11500/, który poddawano procesowi mielenia w następujących warunkach:

urządzenie - młyn wibracyjny LE-102/1

mielniki - walce korundowe $\varnothing = 1/2''$ $h = 1/2''$ - 1,5 kg

kule korundowe $\bar{\varphi} = 3$ mm - 0,5 kg

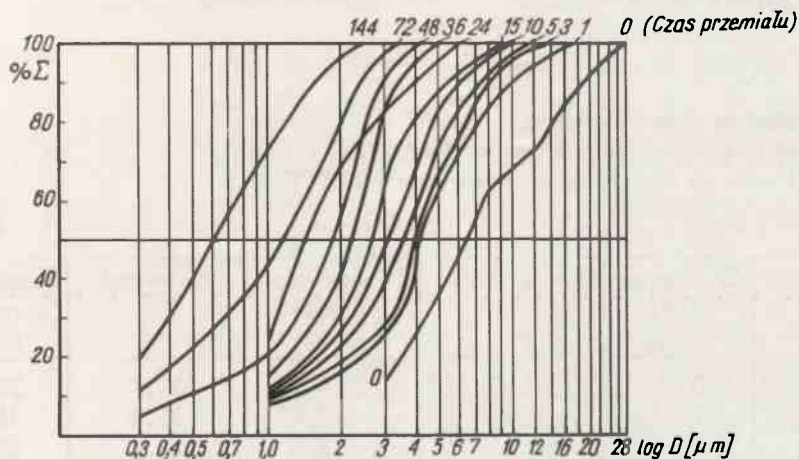
woda - 300 ± 5 ml

wsad - 200 ± 5 ml

amplituda - ± 2 mm

czas mielenia - kolejno 1, 3, 5, 10, 15, 24, 36, 48, 72 i 144 godz.

Dla wszystkich próbek przeprowadzono analizę granulometryczną sedymentacyjną na urządzeniu firmy Schimadzu - typ RS-60, oraz wyznaczono wartości średniego ziarno metodą oporów przepływu przy użyciu klasyfikatora powietrznego Permeasiser firmy Schimadzu. Wyniki analizy granulometrycznej przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Krzywe ziarnowe tlenku glinowego

Tabela 1

Oznaczenie	Czas przemiału /godz./	d_{max} / μm /	d_{sr} / μm /	d_{50} / μm /	f_w^r / m^2/g /	n
1	2	3	4	5	6	7
1	0	27,0	3.05	6.56	0.539	0.490
2	1	18.0	2.50	4.10	0.649	0.469
3	3	15.2	2.35	4.15	0.690	0.534
4	5	13.6	2.15	3.40	0.745	0.499
5	10	11.5	1.95	3.03	0.832	0.518
6	15	9.8	1.88	2.57	0.869	0.518

1	2	3	4	5	6	7
7	24	6.5	1.90	1.61	0.853	0.495
8	36	5.0	1.75	2.27	0.927	0.882
9	48	4.4	1.41	1.99	1.150	0.872
10	72	3.5	1.35	1.21	1.201	0.652
11	144	2.3	1.15	0.61	1.410	0.511

W tabeli 1 podano charakterystykę ziarnową otrzymanych w wyniku mielenia zbiorów ziarnowych.

Wykładnik n został wyliczony ze wzoru Furnasa dla % sumacyjnego równego 50%.

Z uzyskanych metodą przemiału proszków tlenku glinowego zostały wykonane zestawy mas /96% tlenku glinowego, 4% talku chińskiego/, z których uformowano metodą prasowania kształtki. Jako lepiszcza do prasowania użyto 5% wodny roztwór alkoholu poliwinylowego w ilości 6%. Prasowano ciśnieniem 1000 kG/cm². Po wypaleniu kształtek w temperaturze 1350° wyznaczono skurczliwość, nasiąkliwość wodną, porowatość /PN-69/E-06307/ oraz wyliczono porowatość w stanie surowym. Przy obliczeniu porowatości w stanie surowym korzystano ze wzoru:

$$P_s = \frac{P}{1-s\sqrt{3}} \quad /\% /$$

P_s - porowatość w stanie surowym,

P - porowatość po wypaleniu w temperaturze 1350°C /%/ ,

s - skurczliwość po wypaleniu w temperaturze 1350°C.

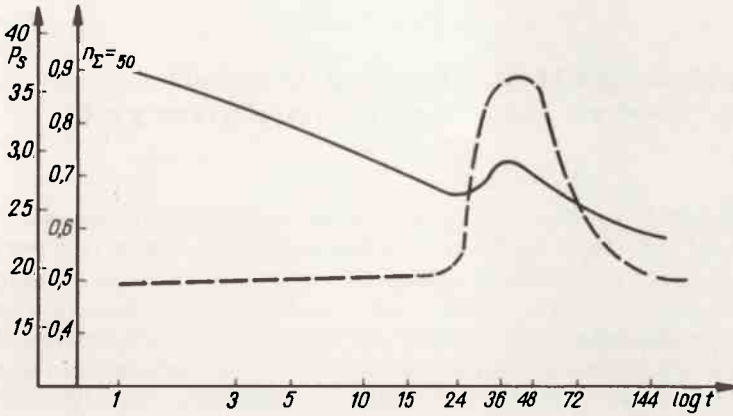
Tabela 2

Oznaczenie	Czas przemiału /godz./	Skurczliwość /%/	Nasiąkliwość wodna /%/	Porowatość /%/	Porowatość surowa /%/
1	0	0.83	15.9	37.1	38.0
2	1	0.91	14.8	35.4	36.4
3	3	0.61	13.7	33.6	34.2
4	5	0.77	12.4	31.4	32.1
5	10	1.03	10.8	28.5	29.4
6	15	0.84	10.2	27.4	28.1
7	24	0.69	9.2	25.4	25.9
8	36	0.73	10.8	28.5	29.1
9	48	0.82	9.9	26.8	27.5
10	72	0.65	9.0	24.9	25.4
11	144	0.74	8.1	23.0	23.5

W tabeli 2 przedstawiono wyniki badań.

Ponieważ porowatość w stanie surowym w sposób praktyczny charakteryzuje stopień upakowania, wartości te porównano z wcześniej wyliczonym wykładnikiem n ze wzoru Furnasa /rys. 2/. Z porównania wynika, że dla zbiorów ziarn tlenku glinowego, uzyskanych metodą przemiału wibracyjnego, wartości wykładników n otrzymanych

z wyliczeń, są w określonej korelacji ze stopniem upakowania wyrażonym porowatością w stanie surowym.



Rys. 2. Zależność porowatości P_s i współczynnika n od czasu przemiatu

Literatura

1. Bradley F.N.: The relation of ceramics processing to materials properties for electronic applications. IEEE Trans. on Parts, Hybrids and Packaging. Vol. PHP-8, Nr 4, December 1972, s. 15-21.
2. Johnson D.W., Nitti D.J.: High purity reactive alumina powders. Ceram. Bull. Vol. 51, Nr 12, s. 896-900, 1972.
3. Kieffer R.: Press- und sinterverhalten feiner α - Al_2O_3 . Tonindustrie Zeitung 10, s. 313-315, 1972.
4. Lecrivain L.: L'influence de la granulométrie des constituants sur la compacité des produits. L'industrie Céramique 654, 598-604, Septembre 1972.
5. Mokrosz E.D.: Postęp techniczny w prasowaniu kształtek z proszków ceramicznych. Szkło i Ceramika 2, 54-58, 1972.
6. Stabnikow W.N.: Procesy i aparatura w przemyśle spożywczym. WNT, Warszawa, 61-65, 1969.