

На правах рукописи

СТЕПАНОВА ТАТЬЯНА ВИКТОРОВНА

**ЛИТЕЙНАЯ ФОРМА ИЗ КЕРАМИЧЕСКИХ СТЕРЖНЕЙ
ДЛЯ СТАЛЬНЫХ ОТЛИВОК НЕФТЕГАЗОВОГО КОМПЛЕКСА**

Специальность 2.6.3. Литейное производство

АВТОРЕФЕРАТ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Челябинск, 2025

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель – **Знаменский Леонид Геннадьевич**, доктор технических наук, профессор.

Официальные оппоненты – **Сулицин Андрей Владимирович**, доктор технических наук, доцент, заведующий кафедрой «Литейное производство и упрочняющие технологии» ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Грачев Александр Николаевич, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Металлургические технологии и оборудование» ФГБОУ ВО «Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева».

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Уфимский университет науки и технологий», г. Уфа

Защита диссертации состоится «17» июня 2025 г. в 16:00 часов на заседании диссертационного совета 24.2.324.01 на базе ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» по адресу: 455000, г. Магнитогорск, пр. Ленина, 38, малый актовЫй зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» и на сайте: <https://www.magtu.ru>

Автореферат разослан «___» _____ 2025 г.

Ученый секретарь
диссертационного
совета, доктор технических
наук, профессор



Мезин
Игорь Юрьевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Бурное развитие различных отраслей промышленности (машиностроение, металлургия, нефтегазовая и энергетическая) ведет к непрерывному росту потребности в укреплении основной заготовительной базы – литейного производства. Одновременный рост количества требующихся заготовок и усложнение их конструкции определяет необходимость поиска новых методов и материалов для их производства. Кроме того, современные реалии предполагают необходимость импортозамещения, поиск новых более доступных материалов для производства форм и стержней, разработку технологий, обеспечивающих получение отливок высокого качества с минимальными затратами на их производство.

На сегодняшний день одним из основных процессов формообразования, позволяющих получить довольно крупные отливки со сложной конфигурацией и высоким качеством литой поверхности, является литье в объемные наливные керамические формы. Однако известный способ производства наливных керамических форм (Шоу-процесс) является многофакторным процессом с большим количеством сложных и плохо изученных процессов.

Имеющиеся на данный момент технологии не обеспечивают достаточного уровня физико-механических свойств стержней и форм при изготовлении крупногабаритных тонкорельефных и сложнопрофильных отливок.

Высокие затраты на исходные формовочные материалы определяют значительную стоимость получаемых отливок. В связи с вышеизложенным актуальным представляется более детальное изучение процессов изготовления наливных керамических форм и стержней по постоянным моделям, а также разработка рациональных составов и процессов формообразования.

Степень разработанности

Изучение процессов литья в керамические формы ведется на протяжении длительного периода существования литейного производства. Существенный вклад в изучение связующих материалов внесли С.И. Репях, Я.И. Шкленник, В.А. Озеров. Широкомасштабные исследования в области наполнительных огнеупорных материалов для изготовления керамики внесли Ю.Е. Пивинский, М.И. Роговой, И.Я. Гузман, Г.Д. Чукин. Работы этих ученых внесли существенный вклад в фундаментальные основы технологических процессов изготовления керамических форм для литья по выплавляемым моделям. Изучением процессов изготовления наливных керамических форм и стержней по постоянным моделям подробно занимались А.А. Стрюченко, Э.В. Захарченко, А.С. Лакеев и др.

Цель работы и задачи

В связи с вышеизложенным целью работы является разработка состава и рациональных режимов изготовления крупногабаритных стержней (процесса гелеобразования и прокалики) для отливок нефтегазового комплекса, обеспечивающих высокую точность геометрии отливок и низкую шероховатость литых поверхностей.

Для реализации этой цели были поставлены следующие задачи:

- исследование влияния параметров гидролиза этилсиликата на кинетику гелеобразования;
- анализ структуры и свойств огнеупорных наполнителей;
- изучение зависимостей прочности и качества поверхности керамических стержней от фракционного и фазового составов наполнителя;
- исследование реологических и технологических свойств суспензий и керамических образцов;
- определение математических зависимостей, описывающих связь в системе «состав – свойства», и на основании зависимости выбор рациональных параметров изготовления керамических стержней и отливок;
- проведение опытно-промышленных испытаний разработанного состава керамических стержней при изготовлении стальных отливок нефтегазового комплекса, их анализ по геометрической точности и шероховатости;
- освоение в производстве разработанной технологии изготовления литейных форм из керамических стержней для стальных отливок нефтегазового комплекса, определение технико-экономических показателей эффективности точного литья.

Научная новизна и теоретическая значимость

Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена совокупность научных положений, обеспечивающих новые технологические решения в процессе точного формообразования из огеливаемых суспензий. В том числе:

- получены кинетические зависимости процесса гелеобразования от параметров подготовки этилсиликатного связующего (отношение молей воды и этоксильных групп, условное содержание SiO_2 в гидролизованном растворе этилсиликата и др.) для определения рациональных параметров, обеспечивающих заданное время гелеобразования;
- методами рентгенофазового анализа, дериватографии, дилатометрии и растровой электронной микроскопии установлены закономерности формирования структуры керамических стержней с мелкой сеткой трещин для повышения их физико-механических свойств и определения рациональной температуры прокаливания керамических стержней;
- определены математические зависимости, характеризующие взаимосвязь в системе «структура – свойства – составы», применительно к процессу точного формообразования из огеливаемых суспензий для определения рационального состава керамической суспензии;
- методом лазерной дефектоскопии получены новые данные по влиянию различных наполнителей на точность геометрии отливок из стали ответственного назначения.

Практическая значимость

На основании проведенных теоретических и экспериментальных исследований разработан технологический процесс изготовления крупногабаритных керамических стержней для точных отливок нефтегазового комплекса.

В том числе проведен подбор и анализ формовочных материалов, разработан рациональный состав гидролизованного раствора этилсиликата (ГРЭС) и суспензии, определены параметры проковки керамических стержней. Эффективность разработанной технологии изготовления керамических стержней достигнута применением отечественных экономичных муллитизированных наполнителей и введением в суспензию технологической добавки пеногасителя нового поколения («Пента-462 А» ТУ 2257-058-40245042-2003).

Результаты исследования опробованы и внедрены на сталелитейном заводе ООО «БВК» (г. Челябинск), что подтверждается актом промышленных испытаний и актом внедрения.

Методы исследований

Экспериментальные результаты получены с использованием физико-химических методов исследований, таких как количественный рентгенофазовый анализ, дилатометрия и дериватография, растровая электронная микроскопия, а также испытания образцов на прочность, склонность к образованию трещин и др.

Методы анализа экспериментальных данных базируются на математической статистике, а также теории планирования и обработки результатов эксперимента.

Основные научные положения и результаты, выносимые на защиту

1. Результаты исследований влияния на процесс гелеобразования параметров подготовки этилсиликатного связующего.

2. Закономерности воздействия муллитизированных материалов на структуру и свойства керамических стержней. Результаты рентгенофазового анализа, дилатометрии, дериватографии и растровой электронной микроскопии наполнителей и стержней.

3. Математические зависимости, определяющие связь в системе «состав – свойства», разработанный рациональный состав керамической суспензии.

4. Результаты исследований влияния технологической добавки пеногасителя на процесс получения и свойства керамической суспензии на гидролизованном этилсиликате.

5. Разработанная технология изготовления керамических стержней для получения крупных сложнопрофильных отливок для нефтегазового комплекса.

6. Результаты опытно-промышленных испытаний и внедрения на участке литья в керамические формы на предприятии ООО «БВК» (г. Челябинск).

Степень достоверности

Высокая степень достоверности полученных результатов подтверждается применением современных методов проведения исследований,

воспроизводимостью полученных результатов, согласованностью представленных теоретических данных с практическими результатами, достаточным объемом исследований российского и мирового опыта в области теории и технологии материалов на керамической основе и литейных процессов. Результаты и выводы научной работы не противоречат результатам, представленным в независимых источниках по рассматриваемой тематике.

Апробация работы

Основные результаты исследований докладывались и обсуждались на Международном съезде литейщиков в 2021 и 2022 годах (г. Москва), на Всероссийской конференции RusMetalCon «Материаловедение и металлургические технологии» в 2020 и 2021 годах (г. Челябинск) и на Всероссийской конференции RusMetalCon «Материаловедение и металлургические технологии» в 2022 году (г. Сочи).

Публикации

По теме диссертации опубликованы 4 научные статьи, из них 2 в изданиях, рекомендованных в ВАК при Минобрнауки России и 2 в наукометрической базе данных Scopus. Получено 2 патента РФ на изобретения.

Личный вклад автора

Сбор и анализ литературных источников по выбранной теме, формулировка цели и задач проведенного исследования, выполнение лабораторных исследований и промышленных испытаний, анализ и обработка результатов, установление закономерностей, апробация результатов исследований, подготовка текста диссертации.

Объем и структура работы

Диссертация представлена на 173 страницах машинописного текста и содержит 96 рисунков и 73 таблицы. Работа состоит из введения, 4 глав, выводов, списка литературы, содержащего 85 наименований работ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** дано обоснование темы исследований, ее актуальность, представлена структура, краткое содержание глав, приведены положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена литературному обзору, а также изучению и анализу существующей технологии производства отливок в наливные керамические формы по постоянным моделям. Проанализированы технические и технологические характеристики изделий, необходимых для нефтегазовой отрасли. Выявлены основные направления и тенденции ужесточения требований к литым заготовкам. Выявлены современные подходы к изготовлению наливных объемных форм.

Выявлено, что известные способы изготовления объемных керамических форм характеризуются повышенными трудоемкостью и продолжительностью процессов формообразования, недостаточными технологическими

характеристиками для производства стальных отливок массой более 50 кг, экологической нагрузкой на окружающую среду, высокой стоимостью исходных материалов. Однако эти процессы имеют резервы для улучшения и оптимизации как с технологической, так и с экономической точки зрения.

В качестве базового процесса выбран «классический» Шоу-процесс для получения наливных керамических форм и стержней по постоянным моделям, реализованный на участке керамики ООО «БВК» (г. Челябинск). Базовый процесс основан на применении в качестве связующего материала гидролизованного раствора этилсиликата и в качестве огнеупорного наполнителя – Kerfalit андалузит (Италия).

Проведен анализ получаемых по базовой технологии стержней и отливок, выявлены наиболее значительные дефекты и причины их возникновения. На основе анализа поставлены цель и задачи исследований.

Во второй главе приведен список применяемых в исследовании приборов, материалов, программного обеспечения и методик. Разработана методика и стержневая оснастка для получения образцов, предназначенная для определения склонности керамики к образованию трещин, качества поверхности керамического стержня. Приведена методика анализа геометрической точности модельно-стержневой оснастки, стержней и отливок с применением трехмерного лазерного сканирования.

В третьей главе проведено исследование кинетической зависимости процесса гелеобразования от параметров гидролиза этилсиликата (ЭТС-40 ТУ 2435-427-05763441-2004 изм. 1-б).

Для проведения экспериментов использовались следующие компоненты: ЭТС-40, вода дистиллированная, кислота соляная, спирт изопропиловый и 6 %-й водный раствор аммиака.

Проводился гидролиз ЭТС-40 с различным количеством воды, $N=H_2O/OC_2H_5=0,30 - 0,60$ при постоянном условном содержании $SiO_2 = 28 \%$ по рецептурам, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Экспериментальные рецептуры для гидролиза ЭТС с различным H_2O/OC_2H_5

Наименование компонента	Содержание, об. %			
	Образец №1 N=0,3	Образец №2 N=0,4	Образец №3 N=0,5	Образец №4 N=0,6
Этилсиликат ЭТС-40	65,00	65,00	65,00	65,00
Спирт изопропиловый	30,00	28,00	26,00	24,00
Вода дистиллированная	5,00	7,00	9,00	11,00
Кислота соляная ХЧ (сверх 100 %)	0,65	0,65	0,65	0,65

Исследование проводилось через 24 ч после смешивания компонентов для гидролиза. В мерные пластиковые емкости наливали по 100 мл гидролизованного раствора этилсиликата и добавляли различное количество огеливателя (6 %-й раствор аммиака).

Установлено, что применение гидролизованного раствора с соотношением $N=H_2O/OC_2H_5$ более 0,5 не представляется целесообразным для

приготовления керамической суспензии, поскольку наблюдается неравномерное огеливание, неконтролируемое локальное выпадение геля.

Наиболее часто встречающиеся данные в литературе свидетельствуют о том, что гидролиз необходимо рассчитывать на условное содержание $\text{SiO}_2 = 16 - 20 \%$. Но данные рекомендации, в большинстве случаев, относятся к изготовлению керамических оболочек для литья по выплавляемым моделям.

В связи с этим проводили гидролиз ЭТС на различное условное содержание SiO_2 и при постоянном отношении $\text{H}=\text{H}_2\text{O}/\text{OC}_2\text{H}_5=0,45$ (таблица 2).

Таблица 2 – Экспериментальные рецептуры для гидролиза этилсиликата с разным SiO_2

Наименование компонента	Содержание, об. %			
	Образец №1	Образец №2	Образец №3	Образец №4
	$\text{SiO}_2=16$	$\text{SiO}_2=20$	$\text{SiO}_2=24$	$\text{SiO}_2=28$
Этилсиликат ЭТС-40	37,00	47,00	56,00	65,00
Спирт изопропиловый	60,00	48,00	37,50	27,00
Вода дистиллированная	3,00	5,00	6,50	8,00
Кислота соляная ХЧ (сверх 100 %)	0,37	0,47	0,56	0,65

Получено уравнение регрессии, характеризующее кинетику процесса гелеобразования в зависимости от экспериментальных факторов, в виде:

$$Y = 2671,51 + 326,52X_1 - 99,24 X_1 \cdot X_2 + 5,46 X_1 \cdot X_3 + 317,92 X_2 \cdot X_3 - 354,78 X_1 \cdot X_2 \cdot X_3, \quad (1)$$

где X_1 – условное содержание SiO_2 , %;

X_2 – соотношение молей воды и этоксильных групп $\text{H}=\text{H}_2\text{O}/\text{OC}_2\text{H}_5$;

X_3 – содержание катализатора, мл;

Y – продолжительность гелеобразования, с.

Согласно построенной зависимости, прямое влияние на время огеливания и гелеобразования оказывает только условное содержание SiO_2 в гидролизованном растворе этилсиликата. Два оставшихся фактора варьирования (соотношение молей воды и количества этоксильных групп $\text{H}=\text{H}_2\text{O}/\text{OC}_2\text{H}_5$; содержание катализатора) в эксперименте имеют только совместное влияние. С повышением условного содержания SiO_2 время огеливания и гелеобразования увеличивается.

Поиск рационального значения основывается на использовании математической модели и оптимизационного метода (в нашем случае используется метод оптимизации, который реализован в Excel в процедуре «Поиск решения» – это метод обобщенного приведенного градиента (ОПГ)). Поскольку в технологическом процессе необходимо выполнение определенных процедур, то оптимизация проводится не по максимуму или минимуму, а по конкретному значению целевой функции. Например, продолжительность гелеобразования 7 мин, для которой получен оптимум с параметрами: условное содержание SiO_2 составляет 24,3 %; соотношение

молей воды и этоксильных групп $H=H_2O/OC_2H_5$ составляет 0,45; содержание катализатора составляет 2,3 об. % от гидролизованного раствора этилсиликата.

Проведено исследование влияния огнеупорного наполнителя на структуру и свойства керамических стержней. На базовом предприятии в качестве огнеупорного наполнителя для керамической суспензии использовался дорогостоящий песок зарубежного производства Kerfalite (Италия) трех различных фракций. По результатам испытаний образцы по базовой технологии имеют высококачественную поверхность, но очень низкую прочность ($12,5 \text{ Н/см}^2$ – в сыром состоянии и $17,4 \text{ Н/см}^2$ – после прокалики).

Для оценки влияния различных отечественных наполнителей использовали опытные рецептуры с содержанием связующего 25 % и условным содержанием SiO_2 в гидролизованном растворе этилсиликата 24 %, а также с соотношением $H=H_2O/OC_2H_5=0,45$. Применяли наполнители на основе плавленного кварца, концентрата дистен-силлиманитового и муллитизированного материала ШК-42 (ТУ 5729-002-31199308-2016).

Графическая зависимость предела прочности на разрыв образцов после выжигания спирта от содержания мелкой фракции в указанных огнеупорных наполнителях приведена на рисунке 1. Графическая зависимость предела прочности на разрыв образцов после прокалики от содержания мелкой фракции в огнеупорном наполнителе приведена на рисунке 2. Графическая зависимость склонности керамических образцов к образованию трещин от содержания мелкой фракции в огнеупорном наполнителе приведена на рисунке 3. Графическая зависимость качества поверхности керамических образцов от содержания мелкой фракции в огнеупорном наполнителе приведена на рисунке 4.

Полученные данные показывают, что во всех образцах наблюдается увеличение предела прочности в сыром состоянии и после прокалики с увеличением содержания в составе наполнителя мелкой фракции, однако после превышения определенного предела прочность начинает снижаться. В этом случае на первый план выходят усадочные процессы и образование крупных трещин, которые снижают прочность образцов.

Наибольшая прочность в сыром состоянии $20,5 \text{ Н/см}^2$ и в прокаленном состоянии $34,5 \text{ Н/см}^2$ наблюдается на образцах, полученных на основе плавленного кварца, однако все они имеют низкое качество поверхности.

На образцах с применением в качестве мелкой фракции концентрата дистен-силлиманитового пылевидного (КДСП) и средней-крупной фракций плавленного кварца качество поверхности образцов улучшается, но снижается общий уровень прочности.

Наилучшее сочетание прочности, качества поверхности и минимальной склонности к образованию трещин наблюдается на образцах, изготовленных на основе трех фракций муллитизированного материала.

Поэтому проведены дополнительные исследования огнеупорного наполнителя ШК-42, в частности его химического (таблица 3) и фазового составов, а также микроструктуры поверхности зерен (рисунок 5).

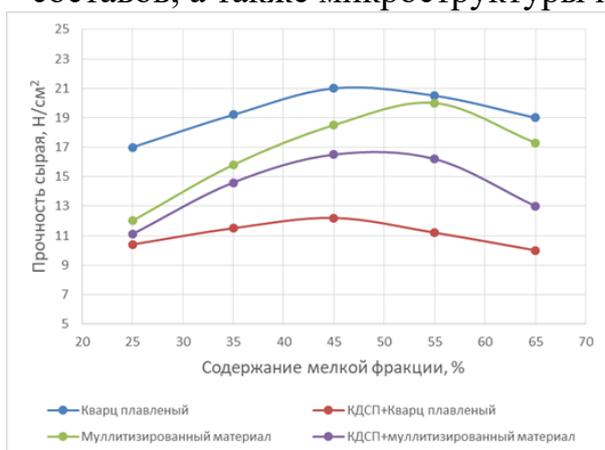


Рисунок 1 – Предел прочности образцов на разрыв в сыром состоянии после выжигания спирта в зависимости от содержания мелкой фракции в огнеупорном наполнителе

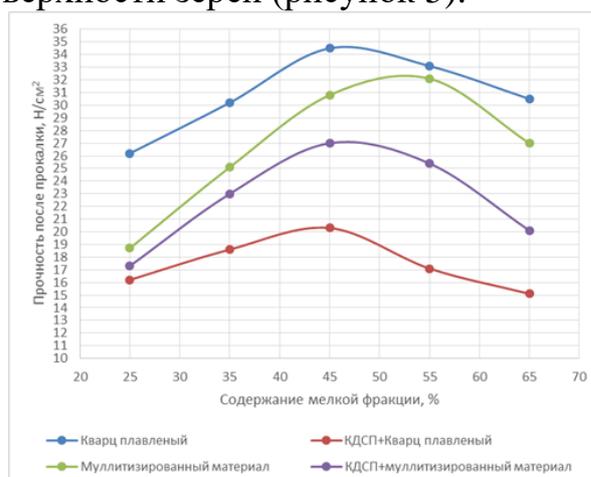


Рисунок 2 – Предел прочности образцов на разрыв после прокали в зависимости от содержания мелкой фракции в огнеупорном наполнителе

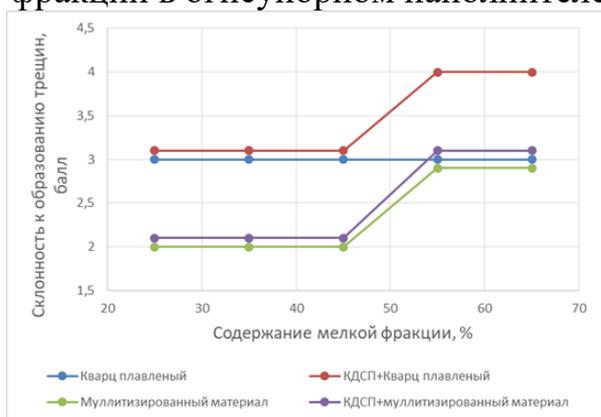


Рисунок 3 – Склонность керамики к образованию трещин, балл

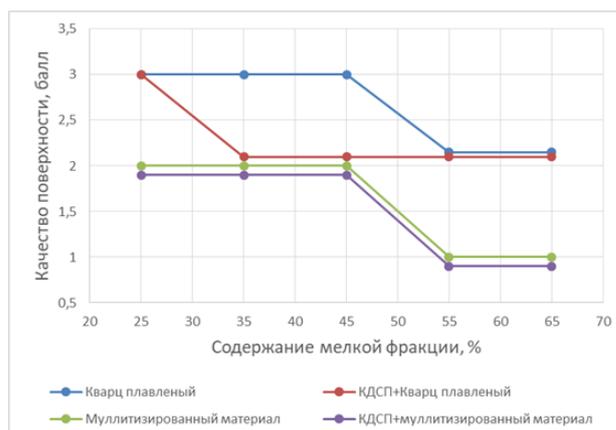


Рисунок 4 – Качество поверхности образцов, балл

Таблица 3 – Химический состав формовочного материала ШК-42, мас. %

O	Na	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Fe	Cu	Total
58,92	0,06	0,12	19,07	19,82	0,05	0,04	0,50	0,06	0,42	0,56	0,39	100,00

Фазовый состав формовочного материала ШК-42 представлен следующими фазами: муллит (72 %) и кристобалит (28 %).

Выявлено влияние муллитизированных материалов ШК-42 на свойства суспензии и керамических стержней.

В качестве факторов варьирования выбраны: количество жидкой фазы в составе суспензии (мас. %), условное содержание SiO₂ в гидролизованном растворе этилсиликата (мас. %), количество мелкой фракции огнеупорной суспензии (мас. %).

Для всех опытов оставшееся количество наполнителя делится в равных частях между мелкой и крупной фракциями. Факторы варьирования в образцах приведены в таблице 4.

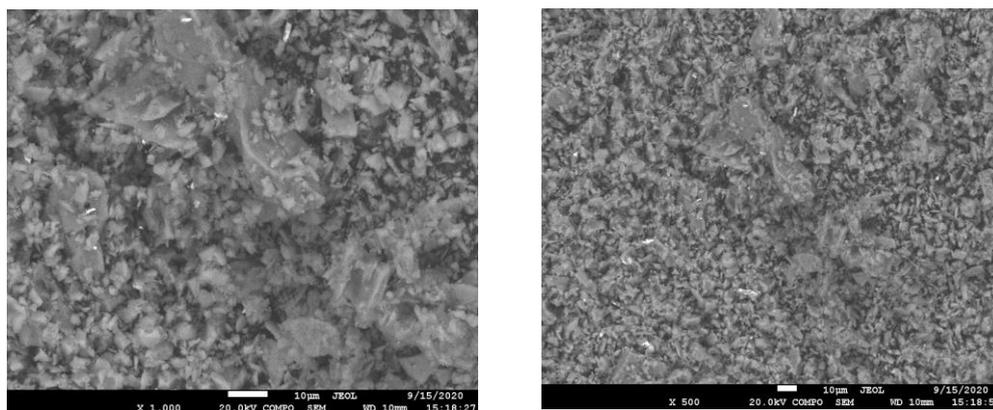


Рисунок 5 – Снимки поверхности зерен отечественного формовочного материала ШК-42

Таблица 4 – Опытные факторы варьирования при подготовке рецептов суспензий

Номер образца	Условное содержание SiO ₂ , мас. %	Количество жидкой фазы, мас. %	Количество мелкой фракции, мас. %
	X ₁	X ₂	X ₃
Образец №1	16	20	52
Образец №2	16	30	46
Образец №3	16	20	28
Образец №4	16	30	24
Образец №5	20	20	52
Образец №6	20	30	46
Образец №7	20	20	28
Образец №8	20	30	24
Образец №9	24	24	52
Образец №10	24	24	46

Результаты испытаний приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты испытаний керамических образцов

Номер образца	Предел прочности на разрыв в сыром состоянии, Н/см ²	Предел прочности на разрыв после прокалки, Н/см ²	Склонность керамики к образованию трещин, балл	Качество поверхности, балл	Жидкотекучесть суспензии по вискозиметру Сутгарда, мм
Образец №1	11,4	15,1	4	1	220
Образец №2	4,1	6,1	5	1	240
Образец №3	7,5	14,1	4	3	210
Образец №4	3,6	3,9	5	3	220
Образец №5	15,7	22,5	4	1	210
Образец №6	11,0	13,9	4	1	220
Образец №7	9,3	16,0	4	2	200
Образец №8	4,1	4,8	4	2	200
Образец №9	21,9	31,6	3	1	190
Образец №10	15,7	30,0	3	1	190

На основании экспериментальных данных при помощи статистического анализа получена система из четырех уравнений регрессии:

$$\begin{cases} Y_1 = 1,104 \cdot X_1 - 0,424 \cdot X_2 + 0,222 \cdot X_3; \\ Y_2 = 6,126 - 0,170 \cdot X_1; \\ Y_3 = 5,830 - 0,070 \cdot X_3; \\ Y_4 = 242,389 - 4,597 \cdot X_1 + 1,315 \cdot X_2 + 0,585 \cdot X_3, \end{cases} \quad (2)$$

где X_1 – условное содержание SiO_2 в ГРЭТС, мас. %;
 X_2 – количество жидкой фазы в керамической суспензии, мас. %;
 X_3 – количество мелкой фракции в керамической суспензии, мас. %;
 Y_1 – предел прочности образцов на разрыв после прокали, Н/см^2 ;
 Y_2 – склонность керамики к образованию трещин, балл;
 Y_3 – качество поверхности образцов, балл;
 Y_4 – жидкотекучесть суспензии по вискозиметру Суттарда, мм.

По данным исследований условное содержание SiO_2 в ГРЭТС должно находиться в пределах от 24 до 25 %. Уменьшение этого показателя ведет к повышению склонности керамики к образованию трещин (Y_2), а его повышение снижает жидкотекучесть суспензии (Y_4).

Количество жидкой фазы в керамической суспензии должно находиться в пределах от 24 до 28 %. Уменьшение этого показателя ведет к снижению жидкотекучести суспензии (Y_4), однако повышает прочность стержней (Y_1).

Количество мелкой фракции в керамической суспензии должно находиться в интервале от 52 до 55 %. Уменьшение этого показателя снижает жидкотекучесть суспензии (Y_4) и прочность керамических образцов (Y_1).

Значение предела прочности керамических образцов при найденных пределах составит $Y_1 = 25,231 - 27,938 \text{ Н/см}^2$.

Проведено исследование влияния пеногасителя на свойства суспензий и керамических стержней. В процессе изготовления керамической суспензии наблюдается нежелательный эффект – бурное образование пены. Этот процесс приводит к выделению на поверхности керамического стержня сыпи в виде схлопнувшихся пузырьков, а это, в свою очередь, приводит к ухудшению качества поверхности получаемых отливок.

Для опытов был выбран силиконовый пеногаситель марки «Пента-462 А». Этот материал – высокоэффективная 20 %-я силиконовая антипенная эмульсия низкой вязкости, он химически инертен к большинству веществ – действует независимо от компонентов, вызывающих вспенивание.

При введении пеногасителя не наблюдалось существенного изменения прочности керамических образцов на разрыв или жидкотекучести суспензии по вискозиметру Суттарда. Установлено, что введение пеногасителя в количестве 0,8 – 1 % обеспечивает эффективное подавление пенообразования в суспензии. Необходимый эффект достигается примерно через 10 с после перемешивания.

Проведен анализ микроструктуры керамических стержней, изготовленных с пеногасителем, показывающий наличие специфической

трещиноватости керамики (мелкая сетка трещин). Такая структура обеспечивает керамическим стержням улучшенные физико-механические характеристики и блокирует образование крупных трещин, ухудшающих качество их поверхности.

Гидролиз ЭТС проведен на условное содержание SiO_2 , равного 24 %, с соотношением $\text{H}=\text{H}_2\text{O}/\text{OC}_2\text{H}_5$ равным 0,45. Рациональный состав: этилсиликат ЭТС-40 – 56 %; спирт изопропиловый – 37,5 %; вода дистиллированная – 6,5 %; кислота соляная ХЧ (сверх 100 %) – 0,56 %.

На основе полученного связующего изготовлена керамическая суспензия рационального состава с применением пеногасителя для улучшения качества поверхности получаемых стержней. Состав: ГРЭТС-40 – 24 %; ШК-42 (0,0 – 0,063 мм) – 54 %; ШК-42 (0,2 – 0,63 мм) – 4,5 %; ШК-42 (0,5 – 1,25 мм) – 17,5 %; 6 % водный раствор аммиака (сверх 100 %) – 0,6 %; пеногаситель «Пента-462А» (сверх 100 %) – 1,0 %.

Проведен рентгенофазовый анализ, дериватография и дилатометрия керамических стержней. Исследование фазового состава проведено с помощью порошкового рентгеновского дифрактометра RigakuUltimaIV на излучении $\text{CuK}\alpha$. Для исследования микроструктуры керамических стержней применялся растровый электронный микроскоп JEOL-JSM-6460 LV. Дилатометрия и дериватография исследуемых материалов проведены на дериватографе с дилатометрической приставкой Q-1500D.

Результаты анализов приведены на рисунках 6 – 8. Фазовый состав образца керамических стержней: муллит – 71,8 %; кристобалит – 20,9 %; кварц – 6,1 %; силлиманит – 1,2 %.

Анализ результатов дилатометрии и дериватографии керамических образцов с отечественным муллитсодержащим наполнителем показывает высокую точность литейной керамики ($\text{КТЛР} = 5,1 \cdot 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$), а также возможность проведения операции прокалики при температуре 800 – 850 °С, что обеспечивает снижение энергоемкости точного стального литья.

Установленные закономерности формирования структуры керамических стержней связаны с влиянием формы частиц наполнителя, соотношением между пылевидной и зернистой составляющей, соотношением между гидролизованным раствором этилсиликата и наполнителем. В частности, исследуемые муллитизированные материалы по данным растровой электронной микроскопии имеют округлую форму частиц, что определяет высокую уплотняемость и более плотное строение керамических стержней по сравнению с базовым вариантом.

Для рассматриваемых наполнителей соотношение между зернистой и пылевидной составляющей по массе 1 к 2,4 также обеспечивает плотную структуру литейной керамики, а соотношение между связующим и наполнителем по массе 1 к 3 вызывает релаксацию возникающих при

выжигании спирта усадочных напряжений и формирование мелкой сетки трещин, блокирующих развитие крупных трещин. Такая структура является определяющей для получения повышенной прочности и требуемой газопроницаемости литейных форм из керамических стержней.

В четвертой главе приведено подробное описание технологии изготовления на примере отливки «Колесо рабочее» из стали 20ГЛ ГОСТ 977-88.

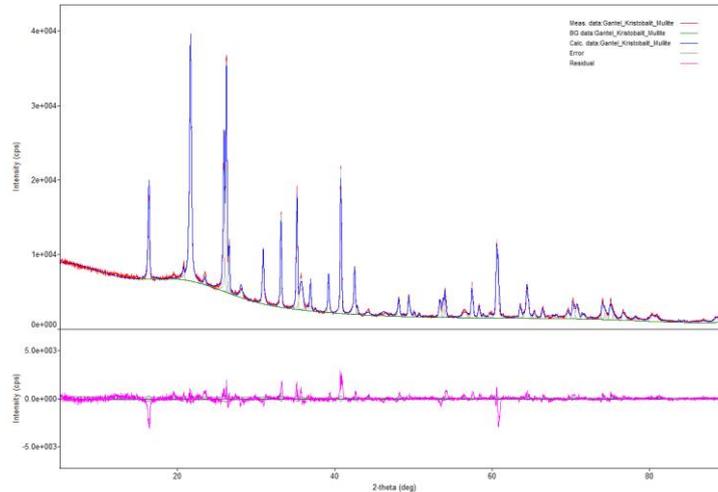


Рисунок 6 – Дифрактограмма образца керамического стержня

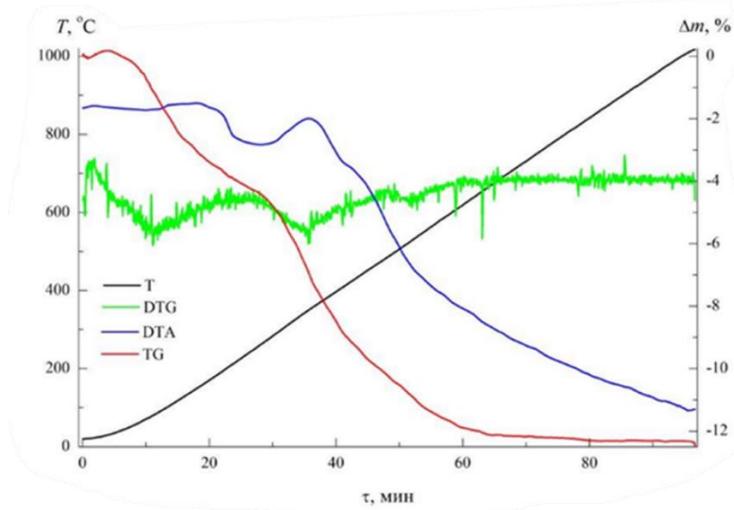


Рисунок 7 – Дериватограмма образца керамического стержня

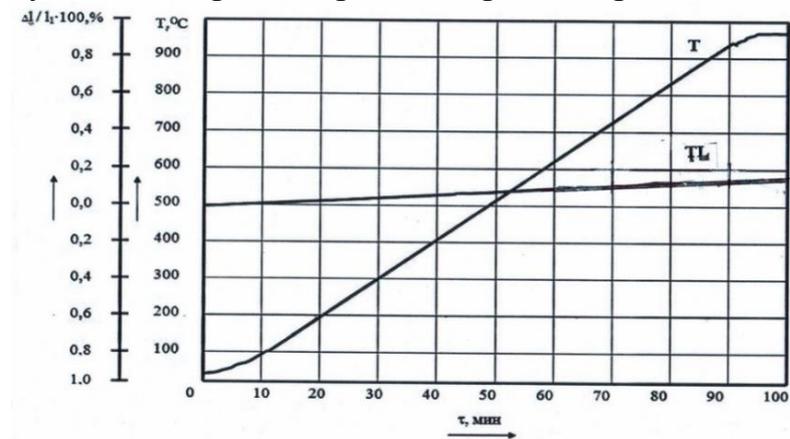


Рисунок 8 – Дилатометрия образца керамического стержня

По разработанной технологии получены стандартные образцы для определения прочности на разрыв, изготовлены центральные стержни и полуформы верха/низа. Характеристики суспензий и стержней, полученных на рациональном составе: предел прочности образцов на разрыв в сыром состоянии – 18,2 Н/см²; предел прочности образцов на разрыв после прокалики – 28,4 Н/см²; склонность керамики к образованию трещин – 2 балла; качество поверхности стержней – 2 балла; жидкотекучесть суспензии по вискозиметру Суттарда – 204 мм.

По предложенной технологии была изготовлена партия опытных отливок «Колесо рабочее». Проведен весь комплекс контрольных мероприятий для подтверждения требуемого качества изделий. Результаты механических и металлографических испытаний, а также неразрушающий контроль (ВИК, ПВК и УЗК) партии опытных отливок подтвердили высокое качество полученных изделий, их соответствие ТУ.

Для анализа химического состава сплава применялся оптический эмиссионный спектрометр с автоматическим анализатором OBLF модели GS1000-II. Металлографические испытания проведены на инвертированном металлографическом микроскопе Olimpus GX-51. Испытания механических свойств проведены с применением машины универсальной WDW-100, копра маятникового модификации JB-W300 и твердомера цифрового LV-700. Неразрушающий контроль отливок опытной партии проведен с применением ультразвукового дефектоскопа USM 36 или USM GO+.

Анализ геометрической точности опытных отливок показал уменьшение преобладающих отклонений по отношению к аналогичным отливкам, произведенным по базовой технологии с ± 2 до ± 1 мм, а максимальных отклонений с 4,2 до 2,2 мм. Результаты контроля геометрической точности некоторых отливок показаны на рисунке 9. Шероховатость поверхности полученных опытных отливок составляет Rz40. Отливки, полученные по базовой технологии, имели шероховатость поверхности Rz80.

Таким образом, повышенная прочность керамических стержней обеспечивает высокую точность геометрии на всех этапах производства отливки, а низкий коэффициент линейного термического расширения наполнителя препятствует деформации стержня в процессе прокалики и заливки форм. Базовая технология обеспечивала допуски линейных размеров отливки, соответствующие классу 11т по ГОСТ P53464-2009. Разработанная технология обеспечивает получение отливок по классу 9т. Проведен анализ технико-экономических показателей эффективности разработанной технологии изготовления крупногабаритных керамических стержней. Внедрение предлагаемой технологии позволило сократить прямые затраты на изготовление формы на 63,2 %, а полную цеховую себестоимость на 14,0 %.

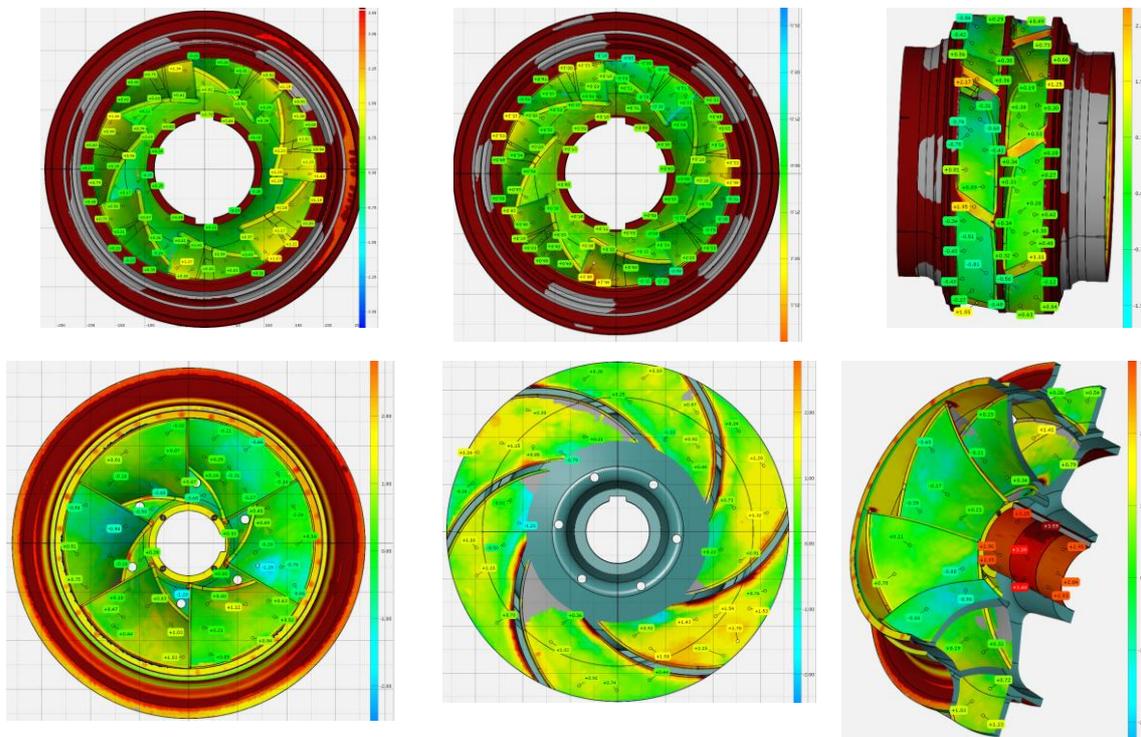


Рисунок 9 – Результаты трехмерного лазерного сканирования двухзаходных колес

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полученные в работе результаты свидетельствуют о достижении цели диссертационной работы по разработке технологии изготовления литейной формы из керамических стержней для стальных отливок нефтегазового комплекса, обеспечивающей высокую точность геометрии, низкую шероховатость литых поверхностей и требуемое качество отливок.

Основные научные и практические результаты диссертационной работы заключаются в следующем:

1. Проведен сбор и анализ литературных источников по тематике исследования. Выявлена необходимость разработки технологии производства литейных форм из керамических стержней для крупных стальных отливок, обеспечивающей высокое качество поверхности литых изделий. Разработана методика определения склонности литейной формовочной керамики к образованию в процессе отверждения суспензии в оснастке трещин и качества поверхности керамических стержней.

2. На основании экспериментальных данных определены математические зависимости скорости огеливания и гелеобразования от параметров гидролизованного раствора ЭТС40. Разработан рациональный состав гидролизованного раствора этилсиликатного связующего. Установлены следующие параметры: условное содержание SiO_2 составляет 24 – 25 %, соотношение $\text{H}=\text{H}_2\text{O}/\text{OC}_2\text{H}_5$ составляет 0,40 – 0,45, содержание катализатора составляет 2,2 – 2,4 % от объема гидролизованного раствора этилсиликата. Разработанный состав позволяет обеспечить время огеливания (перехода в студень) – 3,5 мин и время гелеобразования (полное затвердевание) –

7 мин. Длительное пластичное состояние стержня обеспечивает качественное извлечение оснастки из стержня (формы) без ее разрушения.

3. В качестве огнеупорного наполнителя суспензии выбран вместо импортного Kerfalite муллитизированный материал марки ШК-42, который по своим свойствам обеспечивает наилучшее сочетание прочности, геометрической точности, высокого качества поверхности и минимальной склонности к образованию трещин получаемых стержней. Рациональное содержание ШК-42(ТУ 5729-002-31199308-2016) мелкой фракции составляет 52 – 55 мас. %.

4. Изучено влияние технологической добавки (пеногасителя) на структуру и свойства керамических стержней. Определен рациональный момент введения пеногасителя в суспензию (после добавления огнеупорного наполнителя и до введения катализатора). Установлено необходимое количество пеногасителя марки «Пента 462А» в количестве 0,8 – 1,0 % от объема керамической суспензии для эффективного подавления процесса пенообразования в керамической суспензии и отсутствия негативного влияния этой добавки на основные технологические свойства керамической суспензии и получаемых стержней.

5. Влияние различных факторов на свойства керамической суспензии и стержней оценивали путем определения и анализа уравнений регрессии. Установлено, что доминирующим фактором является условное содержание SiO_2 в гидролизованном растворе этилсиликата, эффективная концентрация которого составляет 24 – 25 мас. %.

Рациональные параметры: условное содержание SiO_2 – 24 – 25 мас. %; количество жидкой фазы в керамической суспензии – 24 – 28 мас. %; количество мелкой фракции в керамической суспензии – 52 – 55 мас. %. К мелкой фракции отнесен размер 0,00 – 0,16 мм.

6. Методом растровой электронной микроскопии установлено, что округлая форма частиц, исследуемых муллитизированных материалов при соотношении между зернистой и пылевидной составляющих 1 к 2,4, а также соотношение между связующим и наполнителем 1 к 3 обеспечивают формирование структуры керамических стержней с мелкой сеткой трещин. Такая структура является определяющей повышение прочности и требуемую газопроницаемость литейных форм из керамических стержней.

7. Рентгенофазовым анализом определено, что применяемый наполнитель состоит из 72 % муллита и 28 % кристобалита, а фазовый состав керамических стержней представлен 71,8 % муллита, 20,9 % кристобалита, 6,1 % кварца и 1,2 % силлиманита. Наличие в составе фазы муллита, не имеющего полиморфных превращений в процессе прокалики керамических стержней, обеспечило КТЛР $5,1 \cdot 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$ и высокую геометрическую точность отливок.

8. Дериватографическим анализом установлено, что начиная с температуры 800 °С практически отсутствуют изменения массы и энтальпии, что позволило рекомендовать режимы прокалики керамических стержней при температуре 800 – 850 °С в течение 3 – 4 часов.

9. На основании проведенных исследований разработана технология получения литейных форм из керамических стержней для стальных сложнопрофильных отливок. Анализ опытно-промышленной партии отливок «Колесо рабочее» показал уменьшение преобладающих отклонений геометрии по отношению к аналогичным отливкам, произведенным по базовой технологии с ± 2 до ± 1 мм, а максимальных отклонений с 4,2 до 2,2 мм. Шероховатость поверхности полученных опытных отливок составляет Rz40. Отливки, полученные по используемой ранее технологии, имели шероховатость поверхности Rz80.

10. По результатам контроля механических и металлографических свойств, а также по данным неразрушающего контроля партия опытных отливок типа «Колесо рабочее» из стали 20ГЛ, изготовленных в формах из керамических стержней признана годной и по всем параметрам соответствует ТИ КН-25210-14001. За счет применения отечественных муллитизированных материалов и разработанной технологии достигается снижение прямых затрат на изготовление формы на 63,2 % и полной цеховой себестоимости на 14,0 %.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

1. Знаменский, Л.Г. Точные отливки для нефтегазового машиностроения / Л.Г. Знаменский, Т.В. Степанова, Н.А. Захаров // Литейщик России. – 2024. – №4. – С. 21–28.

2. Точное литье в муллитизированные керамические формы / Л.Г. Знаменский, О.В. Ивочкина, Т.В. Степанова, Д.С. Пыхов // Литейщик России. – 2022. – №7. – С. 23–29.

3. Патент № 2748251 РФ. – Способ изготовления керамических форм и стержней по постоянным моделям / Л.Г. Знаменский, О.В. Ивочкина, Т.В. Степанова и др. – заявка № 2020119184; заявл. 02.06.2020; опубл. 21.05.2021, Бюл. № 15. – 7 с.

4. Патент №2760029 РФ. – Способ изготовления керамических форм и стержней по постоянным моделям / Л.Г. Знаменский, О.В. Ивочкина, Т.В. Степанова и др. – заявка № 2021117096; заявл. 11.06.2021; опубл. 22.11.2021, Бюл. № 33. – 7 с.

5. Stepanova, T.V. Manufacture of ceramic molds and cores from inorganic materials using permanent masters / T.V. Stepanova, L.G. Znamenskiy, O.V. Ivochkina // Materials Science and Engineering. – 2020. – Vol. 969. – 6 p.

6. Stepanova, T.V. Investment casting for oil and gas complex / T.V. Stepanova, L.G. Znamenskiy, O.V. Ivochkina // Materials science forum. – 2022. – Vol. 1052. – P. 326–331.