

В. В. Ивженко, Н. В. Новиков, Г. Ф. Сарнавская,
В. А. Попов, М. Г. Лошак, Л. И. Александрова (г. Киев)

**Исследование упругого последействия
при инъекционном литье термопластичных
масс на основе порошков SiC, AlN, WC
и его влияния на механические свойства
материала заготовок изделий**

Исследовано изменение размеров заготовок изделий из термопластичных масс на основе порошков SiC, AlN, WC и парафина, полученных методом инъекционного литья. Изучено влияние давления, температуры процесса, размеров частиц порошков на упругое последействие в термопластичном материале заготовки, а так же влияние параметров инъекционного литья (давления и температуры) на предел прочности при изгибе этого материала.

Ключевые слова: карбид кремния, нитрид алюминия, карбид вольфрама, парафин, термопластичная масса, инъекционное литье, предел прочности при изгибе, упругое последействие.

Введение. Технология инъекционного формования (ИФ) является наиболее перспективной для получения изделий сложных форм из керамических и металлокерамических материалов, а именно: теплонапряженных элементов двигателей, износостойких пар трения, сопел, нитеводителей, тиглей, лезвийного, штампового и измерительного инструмента, электроизоляторов, биоимплантантов, средств индивидуальной защиты. Технология ИФ является аналогом технологии горячего шликерного литья с последующим спеканием и состоит из пяти этапов [1]: подготовки порошков с необходимым гранулометрическим составом частиц и морфологией; получения гомогенной смеси порошков со связующими веществами; выдавливания через инжектор смеси в пресс-форму, рабочая полость которой соответствует конфигурации формуемого изделия; удаления связующего из заготовок; уплотнения заготовок при температурах спекания материалов. Различие технологий заключается в том, что при горячем шликерном литье используют давление сжатого воздуха до 0,5 МПа, а при ИФ на этапе инъекционного литья применяют машины плунжерного и шнекового типов, позволяющие создавать давление до 10—50 МПа. При горячем шликерном литье и инъекционном литье в качестве связующего обычно применяются термопластичные связки. При этом полученная термопластичная масса должна иметь минимальную концентрацию связующего, необходимую для образования литейной системы, обеспечивать минимальную объемную усадку и максимальную прочность материала заготовки после литья (термопластичного материала). В качестве основы термопластичных связующих для керамических и металлокерамических порошков наиболее приемлемыми являются парафиновые связки [2, 3]. Парафин обладает низкой температурой плавления (51 °С) и кристаллизации (54—55 °С), низкой вязкостью (0,73 Па·с при 70 °С), небольшой величиной объемной усадки при охлаждении (10 %). Для улучшения литейной способности в состав термопластичных связующих

вводят поверхностно-активные вещества (ПАВ). В качестве ПАВ используют органические вещества: олеиновую и стеариновую кислоты, животные жиры, пчелиный воск и др. [2].

Удаление связующего из заготовки изделия является наиболее критическим процессом в технологиях горячего шликерного литья и ИФ. На этом этапе могут возникать такие дефекты, как трещины, сколы, вздутия. Основными параметрами процесса удаления связующего являются скорость нагрева, время выдержки при температурах фазовых переходов связующего и адсорбционные свойства засыпки [1—3]. Однако при получении изделий сложной пространственной формы определяющим фактором становится прочность материала заготовки.

Цель настоящей работы — исследование эффекта упругого последствия при инъекционном литье термопластичных масс на основе порошков карбида кремния, нитрида алюминия, карбида вольфрама и его влияния на механические свойства материалов заготовок изделий.

Методика эксперимента. Для проведения исследований использовали:

— Порошок карбида кремния печного синтеза производства Запорожского абразивного комбината (Украина) со средними размерами частиц 5 и 28 мкм. Содержание SiC в порошках — не менее 98 % (по массе).

— Порошок нитрида алюминия производства Донецкого завода химических реактивов (Украина), синтезированный прямым азотированием алюминиевого порошка в среде азота и содержащий следующие компоненты, % (по массе): Al — 65,1; N — 33,3; O — 0,5; C — 0,73; Fe — 0,02; Si — 0,006; Ni — 0,03. Удельная поверхность исходного порошка AlN составляла 2,0 м²/г. В качестве активатора спекания нитрида алюминия использовали оксид иттрия. Для получения дисперсных систем из исходных порошков применяли планетарный активатор МПФ-1 (“Гефест”, Санкт-Петербург, РФ). Порошок AlN мололи на протяжении 4 мин, после чего в него добавляли 5 % (по массе) порошка Y₂O₃ и проводили смешивание на протяжении 3 мин. Средний размер частиц полученной шихты составлял 1,2 мкм, удельная поверхность — 4,2 м²/г.

— Порошок марки ВК15 со средним размером частиц 1,1 мкм. Фазовый состав порошка — 85 % (по массе) WC, 15 % (по массе) Co.

В качестве термопластичного связующего применяли смесь парафина и воска. Соотношение компонентов — 94 % (по массе) парафина, 6 % (по массе) пчелиного воска. Подготовку термопластичных масс проводили на трехскоростном смесительном устройстве объемом 2 л установки для горячего шликерного литья [4]. Характеристика исследуемых термопластичных масс представлена в таблице.

Характеристика термопластичных масс

Состав шихты, % (по массе)	Средний размер частиц порошка, мкм	Содержание связующего, %		Вязкость, Па·с (при T = 65 °C)
		по массе	по объему	
100 SiC	28	19,3	46,0	15
100 SiC	5	21,1	48,9	28
95 AlN, 5 Y ₂ O ₃	1,2	11,6	32,4	26
85 WC, 15 Co	1,1	5,5	47,5	24

Процесс инъекционного литья при давлении 2—9,5 МПа исследовали на установке для инъекционного литья термопластичных масс, имеющей систему вакуумирования рабочего объема [5]. Эксперименты при давлении 0,5 МПа проводили на установке для шликерного литья. Инъекционное литье осуществляли путем заполнения металлической пресс-формы термопластичной массой, разогретой до заданной температуры, и выдержки под давлением на протяжении времени, необходимого для охлаждения массы в форме. В работе использовали формы для получения модельных изделий размером 32×45×6,3 мм (объем — 9,1 см³) и 6×6×40 мм (объем — 1,4 см³). Время выдержки под давлением после инжестирования массы в пресс-форму было определено на основании ранее проведенных исследований [6] и составляло 8—10 с.

Плотность и пористость термопластичных материалов определяли по методике, регламентированной ГОСТ 20018—74. Определение характеристик их прочности проводили на универсальной испытательной машине UTS-100 методом трехточечного изгиба на призматических образцах размером 5×5×35 мм при расстоянии между опорами 30 мм. Скорость нагружения составляла $6,5 \cdot 10^{-5}$ м/с.

Результаты и обсуждение. На рис. 1—4 представлены результаты исследования относительного изменения линейных размеров модельных изделий из термопластичных материалов на основе порошков SiC со средним размером частиц¹ 28 и 5 мкм, шихты AlN + Y₂O₃ со средним размером частиц 1,2 мкм, шихты WC + Co со средним размером частиц 1,1 мкм после инъекционного литья при выдержке под давлением 8—10 с и охлаждения без приложения давления в течение ~ 10 с. Установлено, что в образцах из материала на основе SiC (28 мкм) происходит увеличение размеров при давлении

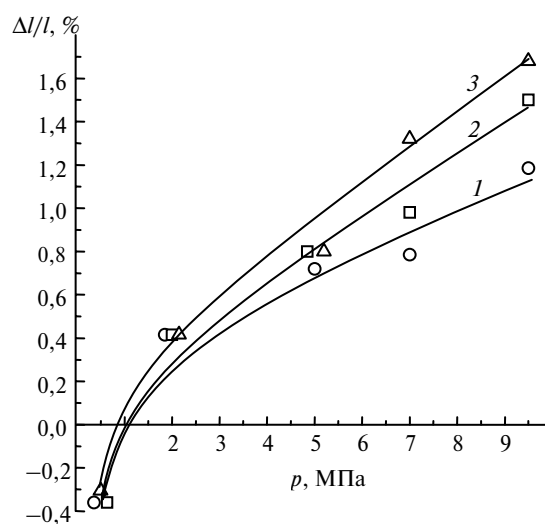


Рис. 1. Зависимость изменения размеров изделий из термопластичного материала состава² 54 % SiC (28 мкм)—46 % парафина при охлаждении пресс-формы от давления инжестирования при $T = 68$ (1), 76 (2), 82 (3) °C.

¹ Далее эти порошки обозначены как SiC (5 мкм) и SiC (28 мкм).

² На всех рисунках состав материала приведен в % (по объему).

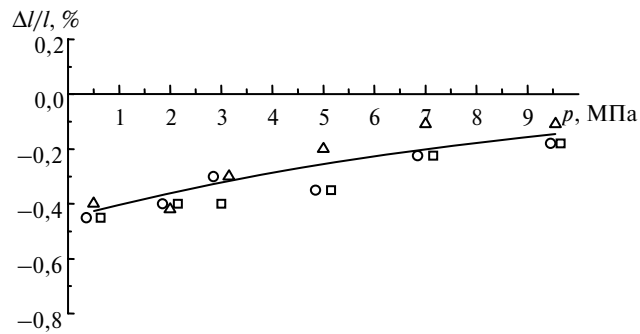


Рис. 2. Зависимость изменения размеров изделий из термопластичного материала состава 51,1 % SiC (5мкм)—48,9 % парафина при охлаждении пресс-формы от давления инжектирования при $T = 68$ (○), 76 (□), 82 (Δ) °C.

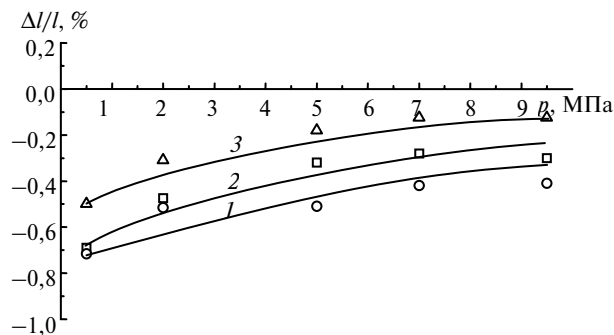


Рис. 3. Зависимость изменения размеров изделий из термопластичного материала состава 67,6 % AlN—32,4 % парафина при охлаждении пресс-формы от давления инжектирования при $T = 68$ (1), 76 (2), 82 (3) °C.

инжектирования равном 2—9,5 МПа: на ~ 1,7 % при давлении 9,5 МПа и температуре в рабочем цилиндре 82 °C (см. рис. 1). При давлении 0,5 МПа (горячее шликерное литье) в образцах наблюдали усадку на ~ 0,4 %. Такой характер изменения размеров в зависимости от давления инжектирования можно объяснить явлением упругого последействия после снятия приложенного давления. Как известно [7], увеличение объема спрессованного методом холодного прессования изделия наблюдается после снятия давления и при выпрессовке изделия из матрицы пресс-формы. Увеличение объема происходит в результате воздействия внутренних напряжений, возникающих в процессе уплотнения вещества при прессовании. Это явление называют упругим последействием. Очевидно, что при инъекционном литье термопластичных масс на основе керамических порошков также существует упругое последействие. После инжектирования при выдержке под давлением 2—9,5 МПа в рабочей полости пресс-формы происходит отвердевание термопластичной массы и формируется заготовка изделия, в материале которого возникают внутренние напряжения. При последующей распрессовке под их воздействием происходит увеличение объема изделия. Этот эффект наиболее проявляется в термопластичных материалах, содержащих крупнодисперсные порошки, в нашем случае — порошок SiC (28 мкм).

Установлено, что с увеличением температуры процесса существенно увеличивается эффект упругого последействия. Так, при давлении инжектирования 9,5 МПа с увеличением температуры с 68 до 82 °C относительное изменение размеров заготовок увеличивается на ~ 0,5 %. В образцах термопластичного материала на основе порошка SiC (5 мкм) (см. рис. 2) также увеличи-

чиваются размеры с ростом давления — линейная усадка уменьшается с ~ 0,4 % при давлении 0,5 МПа до ~ 0,1 % при давлении 9,5 МПа.

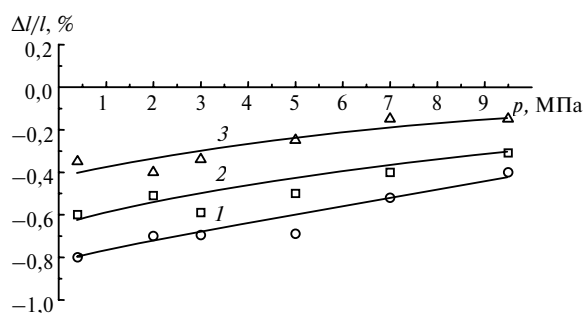


Рис. 4. Зависимость изменения размеров изделий из термопластичного материала состава 52,5 % (WC—Co)—47,5 % парафина при охлаждении пресс-форм от давления инжектирования при $T = 62$ (1), 68 (2), 74 (3) °C.

При исследовании образцов из термопластичных материалов на основе порошка AlN, WC получены аналогичные зависимости относительного изменения их размеров от давления инжектирования и температуры процесса (см. рис. 3, 4).

На основании полученных результатов можно заключить, что с увеличением давления инжектирования, температуры процесса, размеров частиц порошка в термопластичном материале увеличивается эффект упругого последствия.

На рис. 5 представлены результаты исследования зависимостей предела прочности при изгибе термопластичных материалов на основе порошка SiC (5 и 28 мкм) от давления инжектирования при различных температурах процесса. Установлено, что с увеличением давления значительно уменьшается прочность термопластичного материала на основе порошка SiC (28 мкм). При этом с увеличением температуры процесса прочность материала, полученного при давлении 2—9,5 МПа, уменьшается более интенсивно. На рис. 6 представлены результаты исследования зависимостей плотности термопластичных материалов на основе порошков SiC (5 и 28 мкм) от давления инжектирования при различных температурах процесса. При исследуемых темпера-

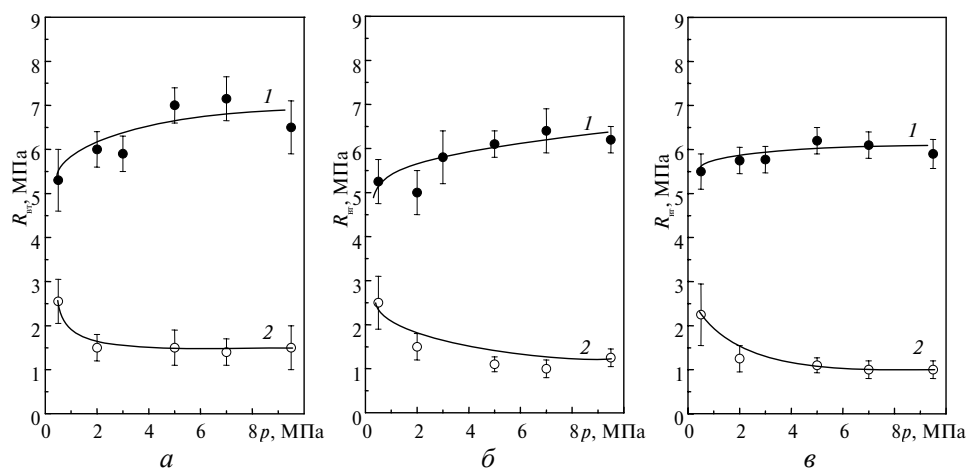


Рис. 5. Зависимость предела прочности при изгибе термопластичных материалов состава 51,1 % SiC (5 мкм)—48,9 % парафина (1) и 54 % SiC (28 мкм)—46 % парафина (2) от давления инжектирования при $T = 68$ (а), 76 (б), 82 (в) °C.

турах наблюдали увеличение плотности на 2—3 % в материале на основе порошка SiC (5 мкм) и на 1—2 % — на основе SiC (28 мкм) с увеличением давления с 0,5 до 2—9,5 МПа, что должно положительно влиять на их прочность.

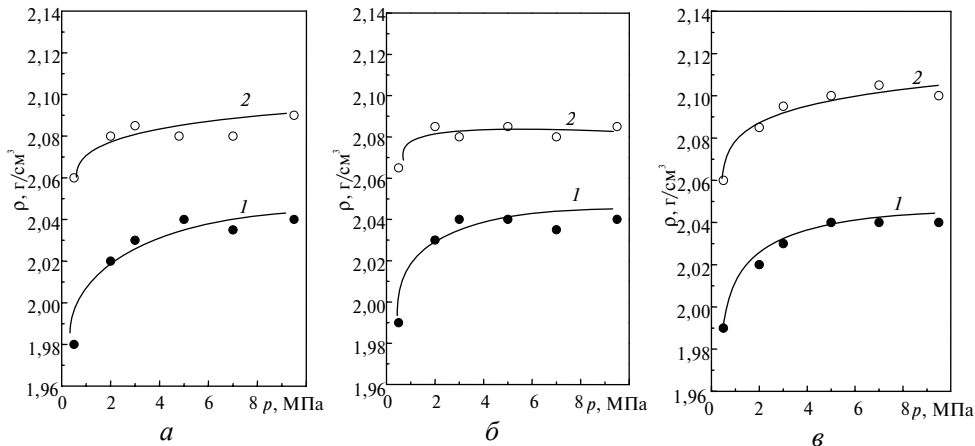


Рис. 6. Зависимость плотности термопластичных материалов состава 51,1 % SiC (5 мкм)—48,9 % парафина (1) и 54 % SiC (28 мкм)—46 % парафина (2) от давления инжектирования при $T = 68$ (а), 76 (б), 82 (в) °С.

Результаты испытаний предела прочности при изгибе показали, что прочность термопластичного материала на основе порошка SiC (5 мкм) значительно выше, чем материала на основе порошка SiC (28 мкм), и увеличивается с ростом давления инжектирования. Однако при этом наблюдали следующие особенности зависимости $R_{bm} = f(P)$ при различных температурах процесса. Прочность материала на основе порошка SiC (5 мкм), полученного при температуре формования 68 °С, увеличивается на 30—40 % с увеличением давления от 0,5 до 5—9,5 МПа, а, полученного при температурах 76 и 82 °С, увеличивается соответственно на ~ 20 и ~ 15 % с увеличением давления от 0,5 до 5—9,5 МПа. Таким образом, с увеличением температуры формования термопластичного материала на основе порошка SiC (5 мкм) положительное влияние давления инжектирования на прочность существенно уменьшается.

На наш взгляд, напряжения, возникшие в результате упругого последействия в объеме изделия из термопластичного материала, вызывают появление в нем микротрещин. Это приводит к падению прочности материала на основе порошка SiC (28 мкм) и уменьшению роста прочности материала на основе порошка SiC (5 мкм) с увеличением их плотности.

Аналогичные результаты получены при исследовании плотности и предела прочности при изгибе термопластичного материала на основе порошка нитрида алюминия (рис. 7, 8). С увеличением давления инжектирования с 0,5 до 2—9,5 МПа плотность материала увеличивается на 0,5—1,5 %. При повышении температуры формования с 68 до 82 °С наблюдали увеличение плотности на ~ 0,5 %. Предел прочности при изгибе при увеличении давления с 0,5 до 2—9,5 МПа повышается на 15—25 %. Однако при температуре формования 82 °С наблюдали уменьшение прочности материала, полученного при давлении 7 и 9,5 МПа.

Наиболее сильно упругое последействие влияет на предел прочности при изгибе в термопластичном материале на основе порошка карбида вольфрама.

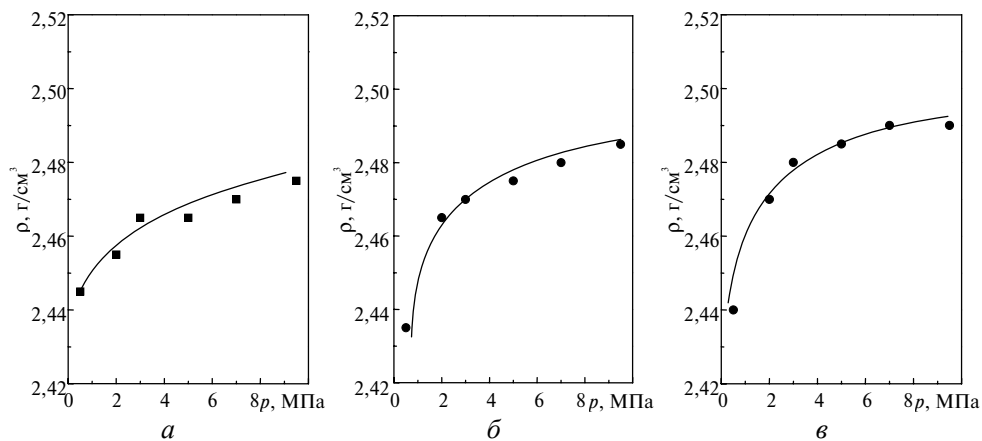


Рис. 7. Зависимость плотности термопластичных материалов состава 67,6 % AlN—32,4 % парафина от давления инжектирования при $T = 68$ (а), 76 (б), 82 (в) °С.

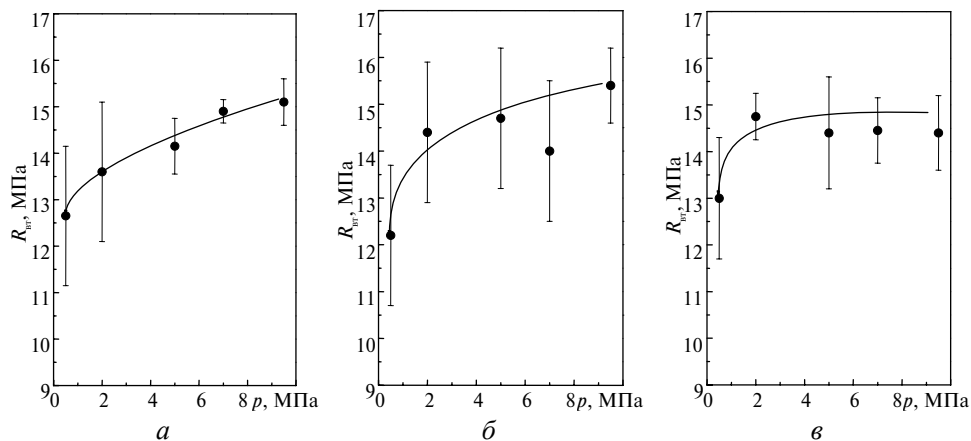


Рис. 8. Зависимость предела прочности при изгибе термопластичных материалов состава 67,6 % AlN—32,4 % парафин от давления инжектирования при $T = 68$ (а), 76 (б), 82 (в) °С.

На рис. 9 представлены результаты исследования зависимости плотности этого материала от давления инжектирования при температурах процесса 62, 68, 74 °С. Плотность увеличивается на 2—4 % с увеличением давления от 0,5 до 2—9,5 МПа. На рис. 10 представлены результаты исследования зависимости предела прочности при изгибе термопластичного материала на основе карбида вольфрама от давления инжектирования при различных температурах процесса. Прочность материала, полученного при 62 °С, увеличивается на ~ 10 % с повышением давления от 0,5 до 3—9,5 МПа. Наибольшее значение прочности наблюдали в материале, полученном при температуре 68 °С и давлении инжектирования 3 МПа. При давлениях 5—9,5 МПа и температуре формования 68 °С прочность термопластичного материала падает. Прочность материала, полученного при 74 °С, с увеличением давления от 0,5 до 9,5 МПа уменьшается на 10—15 %.

На основании проведенных исследований можно заключить, что прочностные свойства исследуемых термопластичных материалов зависят от взаимодействия двух факторов — увеличения плотности и упругого последствия при увеличении давления инжектирования. Увеличение плотности материала приводит к повышению его прочности, а увеличение упругого после-

действия приводит к росту вероятности микрорастрескивания в термопластичном материале заготовки изделия и его разрушению при низких механических нагрузках.

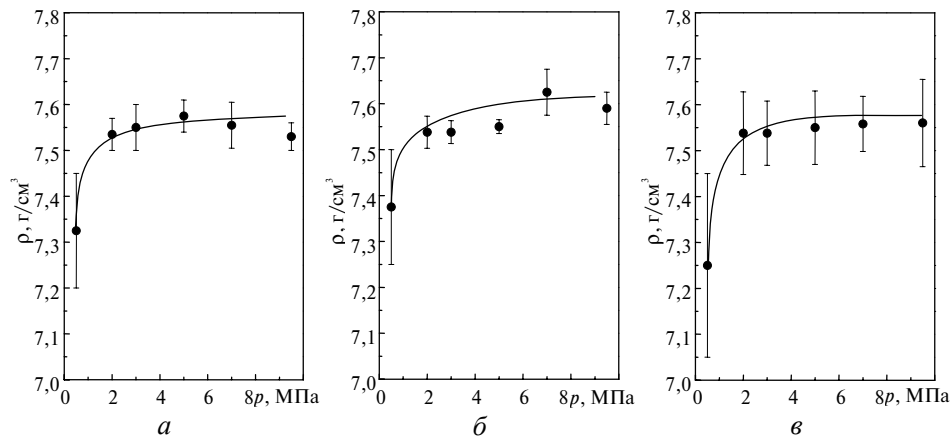


Рис. 9. Зависимость плотности термопластичных материалов состава 52,5 % (WC—Co)—47,5 % парафина от давления инжектирования при $T = 62$ (а), 68 (б), 74 (в) °С.

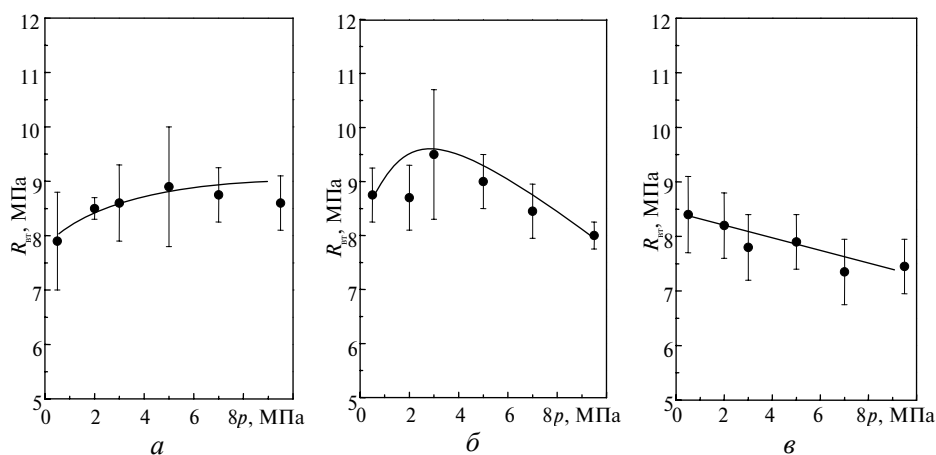


Рис. 10. Зависимость предела прочности при изгибе термопластичных материалов состава 52,5 % (WC—Co)—47,5 % парафина от давления инжектирования при $T = 62$ (а), 68 (б), 74 (в) °С.

Выводы

Установлено, что с увеличением давления при инъекционном литье, температуры процесса и размеров частиц порошков тугоплавких соединений увеличивается эффект упругого последствия в заготовках изделий. При этом механические характеристики термопластичных материалов на основе порошков SiC, AlN, WC и парафина зависят от взаимодействия двух факторов, возрастающих с увеличением давления и действующих в противоположных направлениях — увеличения плотности материала и вероятности микрорастрескивания в объеме заготовки изделия из-за упругого последствия.

1. German R. M. Powder injection molding. — Princeton, USA: Metal Powd. Industr. Fed. (MPIF), 1990. — 521 p.
2. Грибовский П. О. Керамические твердые схемы. — М.: Энергия, 1971. — 448 с.

3. *Li Y., Huang B., Qu X.* Viscosity and melt rheology of metal injection moulding feedstocks // Powder Metallurgy. — 1999. — **42**, N 1. — P. 86—90.
4. *Технологическое* исследование закономерностей инжекционного формования изделий сложной формы из технической керамики и компьютерная оптимизация процесса: Отчет о НИР / ИСМ НАН Украины. — № ГР 0101U006189. — Киев, 2005. — 153 с.
5. *Новиков Н. В., Ивженко В. В., Попов В. А. и др.* Оборудование для инжекционного литья термопластичных масс на основе керамических и металлокерамических порошков // Порошк. металлургия. — 2004. — № 9—10. — С. 119—127.
6. *Новиков Н. В., Ивженко В. В., Лецук А. А. и др.* Экспериментальные исследования и моделирование инжекционного литья изделий сложных форм из технической керамики // Сверхтв. материалы. — 2004. — № 5. — С. 3—19.
7. *Кипарисов С. С., Либенсон Г. О.* Порошковая металлургия. — М.: Металлургия, 1971. — 528 с.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 24.03.08