

УДК 621.762.4

В. В. Ивженко, канд. техн. наук, **В. А. Попов**, **Г. Ф. Сарнавская**,
С. А. Кухаренко, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИНЖЕКЦИОННОГО ЛИТЬЯ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ МАСС НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ AlN , Si_3N_4 И ПАРАФИНА НА ВЫХОД ИЗДЕЛИЙ ПРИ УДАЛЕНИИ СВЯЗУЮЩЕГО

Приведены результаты технологического исследования влияния состава термопластичных масс на основе порошков нитрида алюминия, нитрида кремния и парафина, параметров инжекционного литья, режимов удаления связующего на выход годных заготовок изделий.

Ключевые слова: нитрид алюминия, нитрид кремния, инжекционное литье, удаление связующего, концентрация, давление, температура.

Введение

Технологию инжекционного формирования (ИФ) изделий из керамических и металлокерамических материалов все шире используют в промышленности индустриально развитых стран; она наиболее эффективна при производстве деталей сложных форм. Суть этой технологии заключается в получении термопластичных литейных систем из порошков тугоплавких соединений в смеси с органическими связующими и последующем заливании этих систем в металлические формы под давлением 10–50 МПа с помощью машин инжекционного литья плунжерного или шнекового типа. Заготовки подвергают термической обработке для удаления связующего и спеканию при предусмотренной температуре. Благодаря применению повышенного давления при формировании технология ИФ обеспечивает получение изделий наиболее сложных форм и значительно увеличивает выход годных изделий за счет уменьшения количества дефектов в виде раковин, пор и улучшения механических свойств материала заготовки и изделия.

Удаление связующего – наиболее критический процесс в технологии ИФ. Термическая обработка является основным методом удаления связующего, хотя существуют и другие способы, например экстракция связки с помощью растворителя. Основная задача удаления связующего из изделия после инжекционного литья состоит в уменьшении концентрации связующего до такого значения, при котором обеспечиваются необходимая механическая прочность и конфигурация изделия. Связующее в заготовках из термопластичных материалов на основе парафина удаляют термической обработкой. Повышение температуры заготовки приводит к снижению механической прочности материала. При определенной температуре механическая прочность снижается настолько, что заготовка под действием силы тяжести начинает деформироваться со следующим плавлением. Для предотвращения деформации заготовки при нагревании необходимо обеспечить начало удаления связующего при относительно низкой температуре, когда деформация еще не начинается. Удаление связующего происходит по двум механизмам: миграцией в жидком состоянии и испарением [1]. Для обеспечения отбора связующего из полуфабриката при низкой температуре используют порошковые засыпки, адсорбирующие появляющуюся на поверхности заготовки жидкую связку. Порошковые засыпки также предохраняют заготовку от деформации при нагревании. Дальнейший нагрев системы должен обеспечить минимальную скорость удаления связующего для предотвращения образования трещин, вздутий и расслоений. Продолжительность выдержек при ступенчатом нагреве, особенно при температуре перехода связующего из твердого состояния в жидкое, зависит от толщины и конфигурации изделия. В

качестве засыпок (адсорбентов) обычно используют глинозем, однако для карбидосодержащих материалов применяют сажу, которая поглощает парафин быстрее, чем глинозем.

Цель настоящей работы – исследовать влияние состава термопластичных масс на основе порошков нитрида алюминия, нитрида кремния и парафина, параметров инъекционного литья, режимов удаления связующего на выход годных заготовок изделий. Эта работа является развитием ранее проведенных в ИСМ НАН Украины исследований инъекционного формования изделий из технической керамики [2–4].

Методика эксперимента

Для исследований использовали:

– шихту на основе порошка нитрида алюминия печного синтеза (Донецкий завод химических реактивов, Украина) со средним размером частиц 1,2 мкм и удельной поверхностью 4,2 м²/г; для активации спекания нитрида алюминия в шихту вводили 5% (по массе) оксида иттрия;

– шихту на основе порошка нитрида кремния, полученного методом СВС (Макеевский филиал ОКТЬ ИПМ НАН Украины), со средним размером частиц 1,3 мкм и удельной поверхностью 6,2 м²/г; для активации спекания нитрида кремния в шихту вводили 7 % (по массе) оксида магния.

В работе использовали термопластичное связующее на основе парафина и пчелиного воска. Соотношение компонентов составляло 94% (по массе) парафина и 6 % (по массе) пчелиного воска. Инжектирование при давлении 2,0–9,5 МПа проводили на установке для инъекционного литья термопластичных масс, имеющей систему вакуумирования рабочего объема [5], при давлении 0,5 МПа – на установке для горячего шликерного литья. При этом использовали форму для получения изделий размером 32×45×6,3 мм (объем – 9,1 см³).

Плотность и пористость материала до и после удаления связующего определяли по методике, регламентированной ГОСТ 20018-74. Исследования с помощью дифференциально-термического анализа проводили на дериватографе ОД-102 (Венгрия). Отгонку связующего из изделий осуществляли в вакуумных шкафах СНВС-4,5. Для обеспечения отбора связующего в жидком состоянии, сохранения формы при температуре деформации использовали засыпку

из порошка оксида алюминия. Удаляли связующее в три этапа: «нагрев-выдержка» при температуре 80, 150 °С и T_{max} . Скорость нагрева составляла: 5 °С/ч на первом этапе, 10 °С/ч на втором и 15 °С/ч – на третьем.

Продолжительность выдержки на каждом этапе составляла 16 ч.

Результаты исследований и их обсуждение

Результаты исследования термопластичных материалов с парафиновым связующим с помощью дифференциально-термического анализа показали, что связующее плавится при температуре ~ 60 С, испаряется – при температуре выше 260 С (рис. 1). Процесс удаления

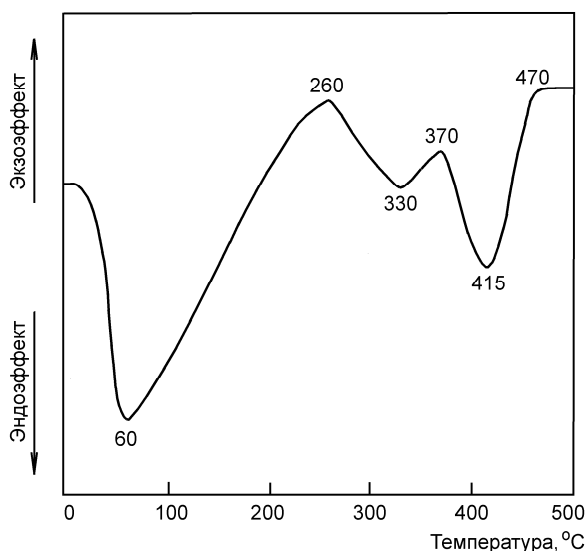


Рис. 1. Кривая ДТА термопластичной массы керамический порошок – парафин – воск (скорость нагрева 10 С/мин)

связующего завершается при температуре ~ 470 °С.

Результаты исследования остаточного содержания связующего, выхода изделий без видимых дефектов после отгонки в зависимости от температуры на третьем этапе отгонки приведены в таблице.

Из анализа полученных результатов следует, что давление формования при инъекционном литье не влияет на процесс удаления связующего из материала заготовки. Однако наблюдается очевидная тенденция к повышению механической прочности образцов после отгонки с увеличением давления формования.

Влияние температуры отгонки на выход годных изделий из термопластичных материалов на основе нитрида алюминия и парафина, нитрида кремния и парафина и на остаточное содержание связующего в материале изделия

№ п/п	Характеристики термопластичных материалов					Выход изделий после отгонки		
	Шихта	Концентрация связующего		Давление инъектирования, МПа	Температура инъектирования, С	Содержание связующего, масс. %		
						при температуре отгонки		
		об. %	масс. %			280 С	320 С	360 С
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	AlN–Y ₂ O ₃	36,1	13,4	0,5	65	100%	30%	0%
						1,6	0,2	–
2	AlN–Y ₂ O ₃	36,1	13,4	2,0	65	100%	50%	0%
						1,6	0,2	–
3	AlN–Y ₂ O ₃	36,1	13,4	9,5	65	100%	50%	0%
						1,8	0,2	–
4	AlN–Y ₂ O ₃	34,4	12,5	0,5	70	100%	50%	0%
						1,5	0,2	–
5	AlN–Y ₂ O ₃	34,4	12,5	2,0	70	100%	70%	0%
						1,7	0,2	–
6	AlN–Y ₂ O ₃	34,4	12,5	9,5	70	100%	70%	0%
						1,6	0,2	–
7	AlN–Y ₂ O ₃	32,4	11,6	0,5	75	100%	70%	0%
						1,3	0,2	–
8	AlN–Y ₂ O ₃	32,4	11,6	2,0	75	100%	100%	0%
						1,4	0,2	–
9	AlN–Y ₂ O ₃	32,4	11,6	9,5	75	100%	100%	0%
						1,2	0,2	–
10	Si ₃ N ₄ –MgO	45,1	18,7	0,5	65	100%	70%	10%
						2,0	1,1	0,0
11	Si ₃ N ₄ –MgO	45,1	18,7	2,0	65	100%	100%	20%
						1,9	0,8	0,0
12	Si ₃ N ₄ –MgO	45,1	18,7	9,5	65	100%	100%	20%
						2,1	0,9	0,0
13	Si ₃ N ₄ –MgO	42,8	17,3	0,5	70	100%	70%	20%
						1,9	1,0	0,0
14	Si ₃ N ₄ –MgO	42,8	17,3	2,0	70	100%	100%	30%
						2,2	0,9	0,0
15	Si ₃ N ₄ –MgO	42,8	17,3	9,5	70	100%	100%	30%
						2,0	0,9	0,0

16	Si ₃ N ₄ -MgO	42,1	16,9	0,5	75	100%	70%	20%
						2,1	0,9	0,0
17	Si ₃ N ₄ -MgO	42,1	16,9	2,0	75	100%	100%	50%
						1,6	0,8	0,0
18	Si ₃ N ₄ -MgO	42,1	16,9	9,5	75	100%	100%	50%
						1,8	1,1	0,0
19	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,7	17,2	0,5	65	100%	70%	10%
						1,8	0,9	0,0
20	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,7	17,2	2,0	65	100%	100%	20%
						1,7	1,0	0,0
21	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,7	17,2	9,5	65	100%	100%	20%
						1,8	0,8	0,0
22	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,2	17,0	0,5	70	100%	70%	10%
						1,7	0,7	0,0
23	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,2	17,0	2,0	70	100%	100%	20%
						1,7	0,8	0,0
24	Si ₃ N ₄ -MgO*	42,2	17,0	9,5	70	100%	100%	20%
						1,6	0,6	0,0

* Агломерированные образования частиц порошка.

Зависимости выхода изделий из термопластичных материалов на основе нитрида алюминия от температуры отгонки показаны на рис. 2.

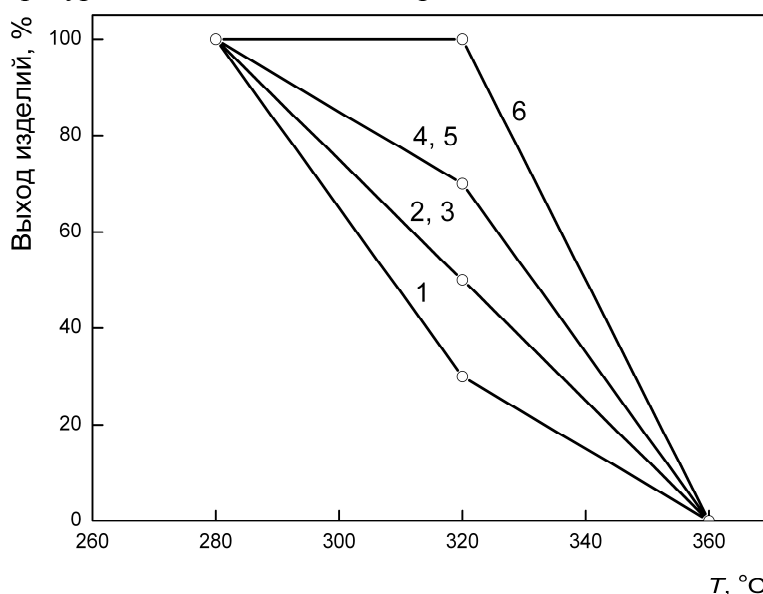


Рис. 2. Зависимости выхода изделий (пластины 32x45x6,3 мм) из термопластичных материалов на основе нитрида алюминия от температуры отгонки (T): 1 – концентрация связующего 36,1 об. %, P = 0,5 МПа; 2 – концентрация связующего 36,1 об. %, P = 2–9,5 МПа; 3 – концентрация связующего 34,4 об. %, P = 0,5 МПа; 4 – концентрация связующего 34,4 об. %, P = 2–9,5 МПа; 5 – концентрация связующего 32,4 об. %, P = 0,5 МПа; 6 – концентрация связующего 32,4 об. %, P = 2–9,5 МПа

При температуре отгонки 360 °C изделия полностью разрушаются, при температуре 320 °C частично, за исключением образцов из термопластичных материалов с концентрацией связующего 32,4 об. %, полученных при давлении инжестирования 2–9,5 МПа. При температуре 280 °C выход изделий составляет 100 %.

Зависимости выхода изделий из термопластичных материалов на основе нитрида кремния от температуры отгонки показаны на рис. 3.

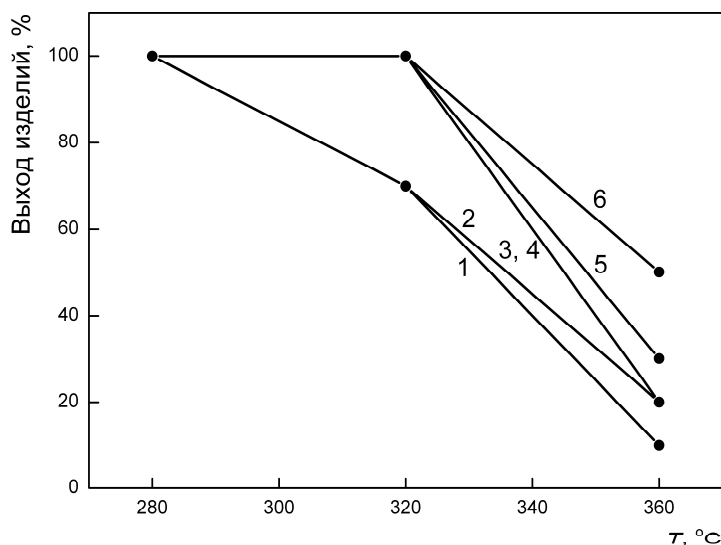


Рис. 3. Зависимости выхода изделий (пластины 32x45x6,3 мм) из термопластичных материалов на основе нитрида кремния от температуры отгонки (Т): 1 – концентрация связующего 45,1 об. %, Р = 0,5 МПа; 2 – концентрация связующего 42,8 об. %, Р = 0,5 МПа; 3 – концентрация связующего 45,1 об. %, Р = 2–9,5 МПа; 4 – концентрация связующего 42,1 об. %, Р = 0,5 МПа; 5 – концентрация связующего 42,8 об. %, Р = 2–9,5 МПа; 6 – концентрация связующего 42,1 об. %, Р = 2–9,5 МПа

При температуре отгонки 360 °С изделия частично разрушаются, при температуре 320 °С выход изделий составляет 100%, за исключением образцов из термопластичных материалов с концентрацией связующего 45,1 и 42,8 об. %, полученных при давлении инъецирования 0,5 МПа. При температуре 280 °С выход изделий составляет 100%.

Зависимости выхода изделий из термопластичных материалов на основе нитрида кремния с агломерированными образованиями частиц порошка от температуры отгонки показаны на рис. 4.

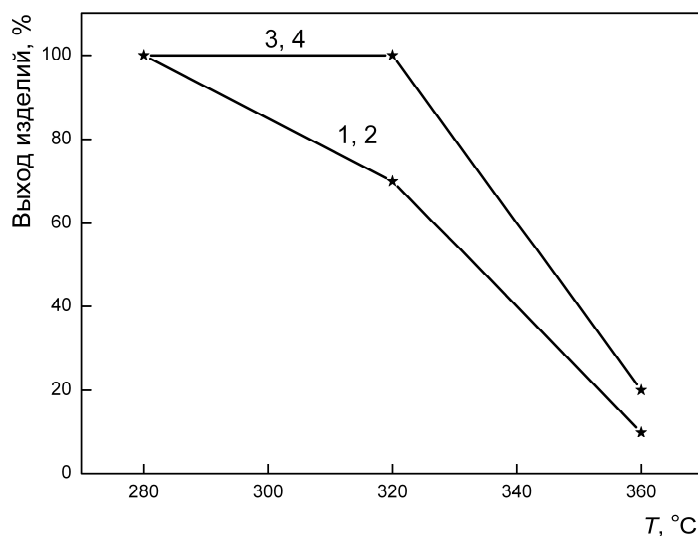


Рис. 4. Зависимости выхода изделий (пластины 32x45x6,3 мм) из термопластичных материалов на основе нитрида кремния с агломерированными образованиями частиц порошка от температуры отгонки (Т): 1 – концентрация связующего 42,7 об. %, Р = 0,5 МПа; 2 – концентрация связующего 42,2 об. %, Р = 0,5 МПа; 3 – концентрация связующего 42,7 об. %, Р = 2–9,5 МПа; 4 – концентрация связующего 42,2 об. %, Р = 2–9,5 МПа

При температуре отгонки 360 °С изделия частично разрушаются, при температуре 320 °С выход изделий составляет 100%, за исключением образцов из термопластичных материалов, полученных при давлении инжектирования 0,5 МПа. При температуре 280 °С выход изделий составляет 100 %.

На основании результатов исследований (см. таблицу) получены зависимости выхода изделий из термопластичных материалов после отгонки при температуре 320 С от концентрации связующего (рис. 5).

Выход годных изделий из термопластичных материалов на основе нитрида кремния не зависит от концентрации связующего в интервале 42,1–45,1 об. % и составляет 100% в материалах, полученных при давлении инжектирования 2–9,5 МПа. Выход годных изделий из термопластичных материалов на основе нитрида алюминия существенно зависит от концентрации связующего в интервале 32,4–36,1 об. % и составляет 100% только в материале с концентрацией связующего 32,4 об. %, полученного при давлении инжектирования 2–9,5 МПа. При увеличении концентрации связующего в термопластичных материалах до 36,1 об. % выход изделий уменьшается до 50%. При увеличении концентрации связующего в термопластичных материалах, полученных при давлении инжектирования 0,5 МПа, выход изделий уменьшается с 70 до 30%.

Таким образом, результаты исследования показывают, что при повышении давления формования с 0,5 до 2–9,5 МПа выход изделий после отгонки связующего увеличивается на 20–30%. Это связано с повышением прочности термопластичных материалов; с повышением давления с 0,5 до 2–9,5 МПа при температуре инжектирования 76–82 С предел прочности при изгибе термопластичных материалов на основе нитрида алюминия с концентрацией связующего 32,4 об. % повышается на 18–26% [6].

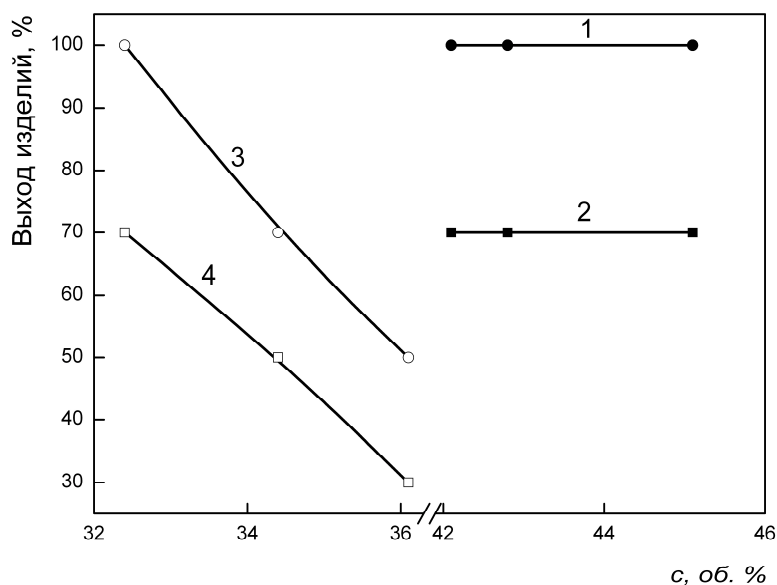


Рис. 5. Зависимости выхода изделий (пластины 32x45x6,3 мм) из термопластичных материалов после отгонки при температуре 320 оС от концентрации связующего: 1, ● – термопластичный материал на основе нитрида кремния и парафина ($P = 2-9,5$ МПа); 2, ■ – термопластичный материал на основе нитрида кремния и парафина ($P = 0,5$ МПа); 3, ○ – термопластичный материал на основе нитрида алюминия и парафина ($P = 2-9,5$ МПа); 4, □ – термопластичный материал на основе нитрида алюминия и парафина ($P = 0,5$ МПа)

При уменьшении концентрации связующего в термопластичных материалах, особенно на основе нитрида алюминия, увеличивается выход изделий после отгонки связующего благодаря снижению пористости материала заготовки, что приводит к повышению его прочности. Так, при уменьшении концентрации связующего в

термопластичном материале на основе нитрида алюминия с 36,1 до 32,4 об. % выход изделий увеличивается на 40–50%, при уменьшении концентрации связующего в термопластичном материале на основе нитрида кремния с 45,1 до 42,1 об. % – на 10–30%.

Выводы

1. При повышении давления формования с 0,5 до 2,0–9,5 МПа при инжектировании термопластичных масс на основе нитрида алюминия и нитрида кремния выход изделий после отгонки связующего увеличивается на 20–30%.

2. При уменьшении концентрации связующего в термопластичном материале на основе нитрида алюминия с 36,1 до 32,4 об. % выход изделий после отгонки связующего увеличивается на 40–50%, при уменьшении концентрации связующего в термопластичном материале на основе нитрида кремния с 45,1 до 42,1 об. % – на 10–30%.

Наведені результати технологічного дослідження впливу складу термопластичних мас на основі порошків нітриду алюмінію, нітриду кремнію і парафіну, параметрів інжекційного лиття, режимів видалення зв'язуючого на вихід придатних заготовок виробів.

Ключові слова: нітрид алюмінію, нітрид кремнію, інжекційне лиття, видалення зв'язуючого, концентрація, тиск, температура.

The results of the technological study of the effect of thermoplastic mass composition on the basis of aluminum nitride, silicon nitride powders and paraffin, the parameters of injection molding, binder removal regimes on the yield of good products have been reported.

Key words: aluminum nitride, silicon nitride, injection molding, binder removal, concentration, pressure, temperature.

Литература

1. Beebhas C. Mutsuddy. Injection molding // Engineered Materials Handbook. Vol. 4. Ceramic and Glasses. – ASM Int'l, 1991. – P. 173–180.
2. Экспериментальные исследования и моделирование инжекционного литья изделий сложных форм из технической керамики / Н. В. Новиков, В. В. Ивженко, А. А. Лещук и др. // Сверхтвердые матер. – 2004. – № 5. – С. 3–19.
3. Ивженко В. В., Попов В. А., Сарнавская Г. Ф. Исследование процесса смешивания термопластичных масс на основе порошков тугоплавких соединений и парафина // Сверхтвердые матер. – 2008. – № 3. – С. 56–61.
4. Ивженко В. В. Исследование влияния параметров инжекционного литья термопластичных масс на основе порошков AlN, Si₃N₄, SiC, WC на процесс формования заготовок // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 407–411.
5. Оборудование для инжекционного литья термопластичных масс на основе керамических и металлокерамических порошков / Н. В. Новиков, В. В. Ивженко, В. А. Попов и др. // Порошковая металлургия. – 2004. – № 9–10. – С. 119–127.
6. Исследование влияния параметров инжекционного литья на физико-механические свойства керамики на основе нитрида алюминия / В. В. Ивженко, И. П. Фесенко, Н. В. Новиков и др. // Сверхтвердые матер. – 2008 – № 4. – С. 53–60.

Поступила 21.05.12