

OPTIMIZACIJA PARAMETROV INJEKCIJSKEGA BRIZGANJA KERAMIKE

Alojz Tavčar

Iskra Varistor, d.o.o., Ljubljana, Slovenija

Ključne besede: proizvodnja keramike, CIM brizganje keramike injekcijsko, brizganje vroče, pritiski visoki, oblikovanje keramike, izolatorji električni, proizvodnja množična, keramika steatitna, smole termoplastične, brizganje prahov, prahovi keramični, veziva termoplastična, odstranjevanje veziv, sintranje, poliranje

Povzetek: Pripravili smo različne termoplastične zmesi, izdelali poizkusno orodje za brizganje in odbrizgali poskusne serije vzorcev. Kritične stopnje v procesu injekcijskega brizganja so bile: mešanje keramičnega prahu in termoplastičnega veziva, izdelava poizkusnega orodja in brizganje vzorcev ter odstranjevanje veziva iz brizganih izdelkov. Sintranje in poliranje vzorcev sta bila standardna postopka. Izdelke smo na koncu izmerili in primerjali z referenčnim vzorcem. Analizirali in primerjali smo tudi mikrostrukture poliranih prereзов sintranih vzorcev. Ugotovili smo, da ima sestava z 20 ut. % PEG 20000 najugodnejše lastnosti za injekcijsko brizganje, pri sintranju se izdelek manj krči in zvija.

Parameters' Optimisation of the Injection Moulding of Ceramics

Keywords: ceramic manufacturing, CIM, Injection Moulding of Ceramics, hot moulding, high pressure, moulding of ceramics, electrical insulators, mass production, steatite ceramics, thermoplastics resins, powder moulding, ceramic powders, thermoplastics binders, binder removal, sintering, polishing

Abstract: Powder injection moulding is a technology able to produce a new range of components from powders. Development was accelerated by increasing requirements of the electronic industry for intricate shapes. Thin and uniform walled parts are best suited for injection moulding, no matter how complicated in shape.

This paper reports about parameters' optimisation in the moulding process. The most critical steps were mixing of the powder and the binder, moldmaking and moulding and binder removal. Sintering and consolidation were common processing steps as for all ceramics. Several thermoplastic mixtures were prepared and different samples were injection moulded with experimental tool.

We used a commercial available Ba-steatite powder. To achieve a proper granulometric composition for the injection moulding we sintered and then re-milled the Ba-steatite powder. The binder was a water solved PEG 20000. The ceramic / binder compound was prepared with Z blade mixer at the room temperature. Composition was determined with injection moulding tests to achieve the best compromise between volume ratio of plasticiser / ceramic powder, injectability and sintered parts quality. Tests were carried out on a 150 g semi - automatic plunger injection moulding machine Boy (FRG). First we tested the composition with the 22,5 wt.% PEG 20000 and 2,5wt.% camphor as a plasticiser (total volume part of binder was 44,4 vol.%). Thermal debinding of green ceramic parts was realised by free standing up to 290°C. After sintering at the 1330°C the ceramic parts were sectioned perpendicular and parallel to the flow direction of the mixture. After polishing the microstructure was analysed by optical microscope. We found out, that microstructure was dense and homogenous with fine pores of max. 30 µm. The average porosity was 4,3 %. In order to reduce distortion of moulded parts, we made the mixture with 18,0 wt.% PEG 20000 and 2,0 wt.% camphor plasticiser. Total volume part of the binder was 37,5 vol.%. The microscopic analyses showed fine microstructures with pores under 25 µm. Total porosity was 7,5 %. The distortion of sintered parts was reduced. Continuing reduction of binder amount on 18 wt.% (34,5 vol.%) didn't get dense microstructure.

Finalised samples were compared with the reference sample. It was found out, that the composition with 20 wt.% PEG 20000 has the most suitable properties for the injection moulding process, has a low shrinkage and distortion at the sintering.

UVOD

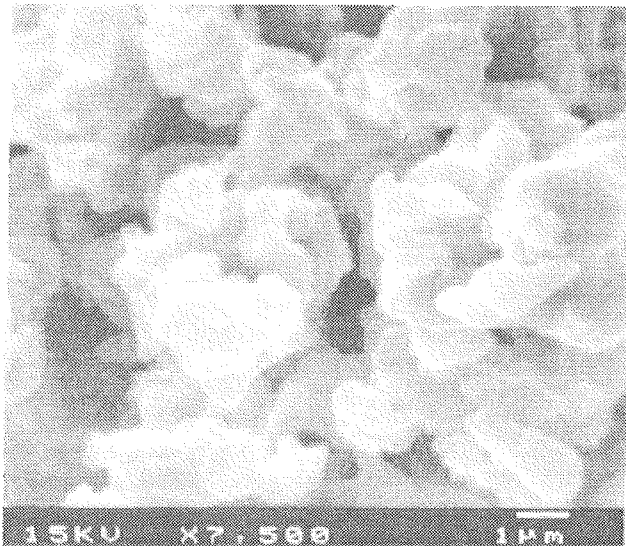
Injekcijsko brizganje keramike (CIM) je postopek, ki omogoča ekonomično oblikovanje najzahtevnejših oblik keramike kot so npr.: električni izolatorji kompleksnih oblik, vodila niti, itd. Postopek je primeren tako za izdelavo unikatov kot tudi za veliko serijsko proizvodnjo /1,2/.

Vroče brizganje keramike je ciklični proces, kjer se granulati iz keramičnega prahu in termoplastičnega veziva segrejejo do zmehčanja, nato pa s pritiskom vbrizga v kalup, kjer se ohladi in strdi, pri čemer nastane izdelek z določeno obliko. Postopek je zelo podoben brizganju plastičnih mas /3/.

Kritične točke postopka brizganja keramike so: priprava termoplastične mase, izdelava kovinskega modela in brizganje izdelka in nazadnje postopna odstranitev termoplastičnega veziva iz izdelka /4/. Sintranje in površinska obdelava kot zadnji stopnji v izdelavi keramike sta standardna postopka in sta odvisna od vrste keramike.

EKSPERIMENTALNO DELO

Uporabili smo komercialen Ba-steatitni keramični granulati /5/, ga sintrali pri 1320°C in suho zmleli do 2% ostanka na situ 63 µm. Porazdelitev velikosti delcev zmlete keramike smo pregledali s SEM mikroskopom (slika 1) in se tako prepričali, da keramični prah ne vsebuje koloidnih delcev, ki bi slabo vplivali na viskoz-



Slika 1: SEM posnetek suho mletega Ba-steatitnega granulata

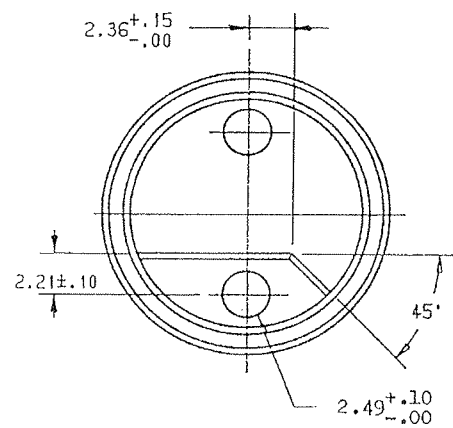
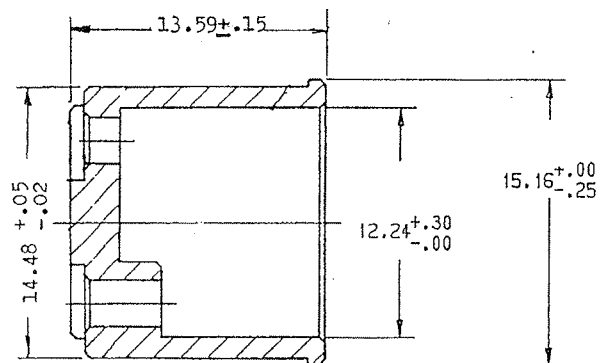
nost in livnost termoplastične mase /6/. Termoplastične mase smo pripravili v laboratorijskem kolenastem gnetilcu volumna 1000 ml (Netzsch, ZRN). Keramični prah in 50% vodno raztopino PEG 20.000 (tabela 1) /7,8/ smo gnetli eno uro pri sobni temperaturi, posušili v sušilniku pri 110°C. Posušeno maso smo zdrobili v kolenastem gnetilcu in tako dobili granulata primeren za doziranje v stroj za injekcijsko brizganje. Vzorce smo brizgali na 150 g polavtomatskem stroju za brizganje plastičnih mas Boy (ZRN). Vezivo smo iz oblikovancev odstranjevali v laboratorijskem sušilniku s postopnim dviganjem temperature (5°C/h) do 290°C. Izdelke z izgnanim vezivom smo sintrali v industrijski peči pri 1330°C, z zadrževanjem pri maksimalni temperaturi 2,5 ure. Temperatura v peči je v temperaturnem območju od 20 do 650°C naraščala s hitrostjo 80°C/uro, od 650 do 1330°C pa s hitrostjo 150°C/uro. Na obrusih sintranih vzorcev smo analizirali mikrostrukturo keramike. Poroznost smo izmerili z linearno mikroskopsko metodo tako, da smo izmerili delež por, ki so ležale na namišljenih črtah. Ta delež por odgovarja volumskemu odstotku por. Sintrane izdelke smo zbrusili s korundnim prahom št. 280 v porcelanskem bobnu in nazadnje izmerili, kako se geometrija izdelka ujema z načrtom izdelka.

REZULTATI

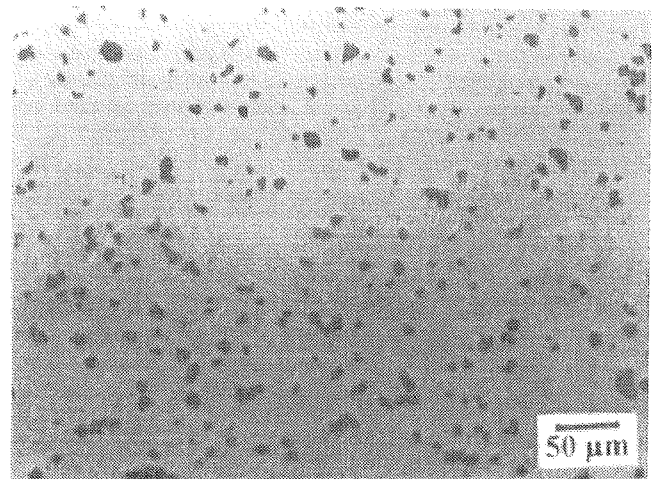
Za preizkuse brizganja smo izbrali zahtevnejši izdelek, ki služi kot električni izolator pri povišani temperaturi (slika 2). Izdelek ima tanke (1,12 mm) in dolge (10,80 mm) stene, zato ga s klasičnimi tehnologijami oblikovanja ne moremo izdelati.

Preizkusili smo različne kombinacije termoplastičnih veziv, od katerih bomo opisali najzanimivejše poizkuse z vodotopnim vezivom PEG 20.000 proizvajalca Hoechst (ZRN), (tabela 1). Kot mehčalo smo dodali sintetično, tehnično čisto kafro (Hoechst, ZRN) in sicer

10 ut.% glede na dodatek PEG. V nadaljevanju opisujemo poizkuse s 25, 20 in 18 ut.% dodatka termoplastičnega veziva.



Slika 2: načrt keramičnega izdelka za vroče brizganje



Slika 3: mikrostruktura vroče brizganega izdelka s 25 ut. % PEG 20000 (opt. mikroskop)

Najprej smo odbrizgali termoplastično zmes s 25 ut.% veziva, ki je bilo sestavljeno iz 22,5 ut.% PEG in 2,5 ut.% kafe. Vezivo je volumsko predstavljalo 44,4 vol.%. Temperatura brizgalnega polža je bila 160°C, temperatura orodja 30°C, čas stiskanja 2 min in pritisk v orodju

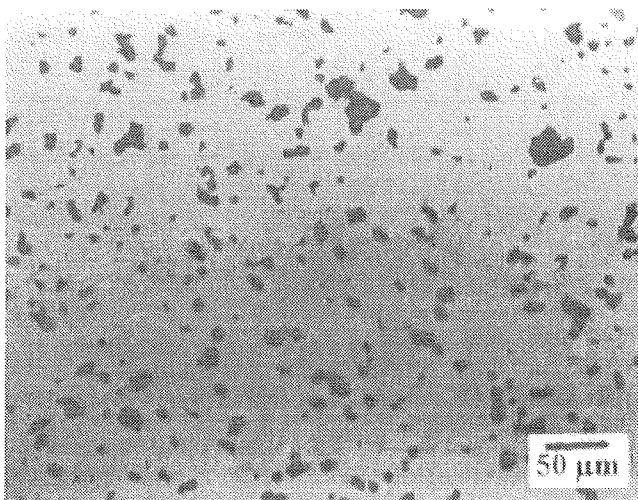
0,5 MPa. Izdelkom smo odstranili vezivo in jih sintrali. Homogenost mikrostrukture smo preiskali z optičnim mikroskopom (slika 3). Dosegli smo zelo gosto in enakomerno mikrostrukturo, z drobnimi porami pretežne velikosti 5 do 30 μm . Povprečna poroznost vzorca, merjena z mikroskopom, je bila 4,3%.

Da bi zmanjšali deformacije izdelka pri izganjanju veziva in sintranju, smo zmanjšali koncentracijo termoplastičnega veziva na 20 ut.% (18,0 ut.% PEG in 2,0 ut.% kafre) in odbrizgali vzorce. Volumski delež veziva je bil 37,5 vol.%. Vzorcem smo izgnali vezivo, jih odsintrali in analizirali mikrostrukturo (slika 4). Mikrostruktura vzorca je bila še vedno gosta, z mikroskopsko določeno povprečno poroznostjo 7,5%. Pretežna velikost por je 3 do 25 μm . Deformacija izdelka se je zmanjšala.

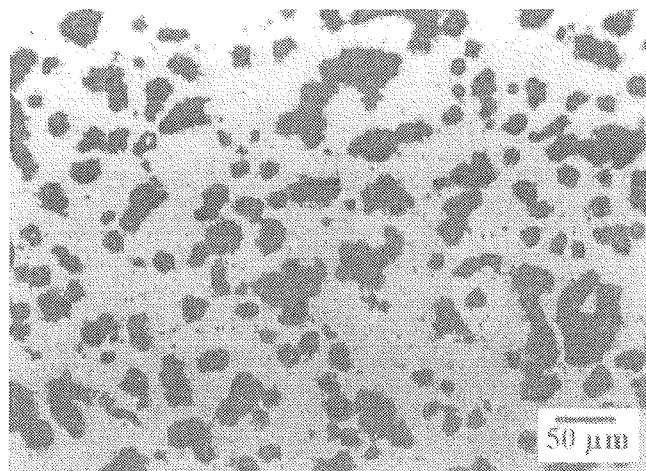
Pri nadaljnjem zmanjšanju vsebnosti termoplastičnega veziva na 18 ut.% (16,2 ut.% PEG in 1,8 ut.% kafre), pri enakih pogojih brizganja, nismo več dosegli goste mikrostrukture (slika 5), pore so ostale povezane. Volumski delež veziva je v tem primeru znašal 34,5 vol.%.

Tabela 1: tehnični podatki za PEG 20000 /5/

opis	vošчени kosmiči krem barve
rel. molarna masa	okoli 20000
temperatura strdišča (°C) /DIN 51570/	okoli 60
hidroksilno število /DIN 53240/	<7
topnost v vodi pri 20 °C (ut. %)	nad 50
viskoznost 50 % razt pri 20°C (mPa.s)	2200-2800
piroliza	nad 250°C prične razpadati in do 400°C razpade brez ostanka



Slika 4: mikrostruktura vroče brizganega izdelka z 20 ut. % PEG 20000 (opt. mikroskop)



Slika 5: mikrostruktura vroče brizganega izdelka z 18 ut.% PEG 20000 (optični mikroskop)

ZAKLJUČKI

S kalcinacijo in mletjem smo pripravili steatitno keramično maso za vroče brizganje pod visokim pritiskom. S kalcinacijo steatitnega granulata in mletjem kalcinata smo pripravili primerno zrnatost keramičnega prahu za vroče brizganje. Termoplastično maso smo pripravili s homogenizacijo keramičnega prahu in vodne raztopine PEG 20000. Za mehčanje smo dodali kafro. Za brizganje kompleksnega keramičnega izolatorja z dolgimi in tankimi stenami smo izdelali štiri gnezdo jekleno orodje z izmenljivimi videa vložki. Obliko dolivnih kanalov smo prilagodili visoki viskoznosti termoplastične keramične mase tako, da smo dobili brezhibno zalivanje kalupov. Na polavtomatskem stroju smo optimizirali parametre brizganja: vsebnost termoplastičnega veziva, temperaturo brizganja, temperaturo orodja, pritisk in čas brizganja. Mikrostrukturo odžganih keramičnih vzorcev smo spremljali na obruskih z optičnim mikroskopom. Optimizirali smo postopek izgon veziva iz brizganih izdelkov, na zraku, v temperaturnem območju od 20 do 290°C. Vzorcev pri izganjanju veziva nismo zasipali, ampak so prosto stali v pečici za odstranjevanje veziva. Izbrali smo najugodnejše parametre za celoten postopek izdelave brizgane keramike, pri čemer so bile kritične točke izbira vrste in količine veziva in način vmešavanja, izdelava orodja in izbira pogojev za brizganje ter postopek odstranjevanja veziva iz oblikovancev. Ostale operacije izdelave keramike so bile standardne.

ZAHVALA

Delo je bilo opravljeno s finančno podporo Ministrstva za znanost in tehnologijo Slovenije.

Optično mikroskopske analize je izdelala Marija Prelec, dipl. ing.

REFERENCE

- /1/ H. D. Taylor, Injection Molding Intricate Ceramic Shapes, Cer. Bull., 45 (1966), 768-770
- /2/ I. Peltsman, M. Peltsman, Low Pressure Molding of Ceramic Materials, Interceram 4 (1984) 56
- /3/ Beebhas C. Mutsuddy, Equipment Selection for Injection Molding, Ceram. Bull., 68 (1989), 1796-1802
- /4/ F. Saure, Spritzgiessen, Handbuch der Keramik D 4 1, Keram. Zeitsch., 36 (1986) 3
- /5/ Hutschenreuter Keramische Rohstoffe und Massen, Masse-muehle Wagner, Neustadt/Coburg
- /6/ H. Wiedman, Spritzguss keramischer Massen, Glass-Email-Keramo-Technik, 9 (1963) 334-337
- /7/ Hoechst Aktiengesellschaft Werk Gendorf, Hinweise fuer die Verwendung von Polyethylenglykolen in der keramischen Industrie (1990)
- /8/ Polyethylene glykols, Properties and applications, Hoechst Aktiengesellschaft, Verkauf Organische Chemikalien, Frankfurt/Main (1983)

mag. Alojz Tavčar, dipl. ing.
Iskra Varistor, d.o.o.
Stegne 35
61000 Ljubljana
Slovenija
tel.: +386-(0)61-15-99-088
fax. +386-(0)61-576-567

Prispelo (Arrived): 03.10.1995

Sprejeto (Accepted): 19.10.1995