DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 145 844

Wirtschaftspatent
Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

				Int. Cl.[3]
(11)	145 844	(45)	14.01.81	3(51) B 28 B 7/34
(21)	WP B 28 b / 175 191	(22)	14.12.73	

(71) Bergakademie Freiberg, DD

(72) Dietzsch, Lothar, Dipl.-Ing.; Melzer, Dieter, Dipl.-Ing.; Schröder, Bernd, Dipl.-Ing., DD

(73) siehe (72)

(74) Bergakademie Freiberg, Direktorat für Forschung, Abt. Patent- und Neuererwesen, 9200 Freiberg, Akademiestraße 6

(54) Verfahren zur Herstellung einer Pressenform mit einer Shore A-Härte ≤ 20° für die keramische Formgebung

11 Seiten

175 191

Verfahren zur Herstellung einer Pressenform mit einer Shore A-Härte ≤ 20° für die keramische Formgebung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Pressenform mit einer Shore A-Härte ≤ 20° für die keramische Formgebung, vorzugsweise zum quasi-isostatischen Pressen von Tassenhenkeln, unter Verwendung PVC-haltiger Materialien.

Es ist bekannt, daß in der feinkeramischen Formgebung rotationssymetrische Artikel nach dem Drehverfahren mit Schablone und Spindel mit Modellform hergestellt werden. Die plastische Formgebung hat einen hohen Mechanisierungsgrad erreicht.

Nichtrotationssymetrische Gegenstände müssen dagegen nach dem Schlickergießverfahren gefertigt werden. In der gegenwärtigen Technologie werden Tassenhenkel manuell durch Gießen hergestellt. Nach vorsichtiger Trocknung müssen die Henkel ebenfalls manuell nachbearbeitet werden, indem die Gießnähte mit Messer und Schwamm entfernt werden.

Das Trockenpreßverfahren gestattet eine automatische Fertigung. Es tritt jedoch der Nachteil auf, daß es durch Reibungseffekte zu einer ungleichmäßigen Druckverteilung und so zu Rohdichteunterschieden über dem Querschnitt des Preßlings kommt. Nach dem Trockenpreßverfahren ist es auf Grund der Geometrie nicht einfach möglich, Henkel zu pressen. Ein durch Trockenpressen

hergestellter Henkel müßte auf jeden Fall nachbearbeitet werden.

Diese Nachteile treten beim isostatischen Pressen nicht auf, da der Preßdruck allseitig auf den zu verpressenden Stoff einwirkt. Dieses Verfahren wird in der Pulvermetallurgie und in der Keramik zur Formgebung zum Verdichten angewendet, wenn hohe gleichmäßige Dichte und weitgehende Homogenität auch anderer physikalischer Eigenschaften des Formlings gefordert werden.

Eine Spezialart des isostatischen Pressens ist das quasiisostatische Pressen. Man versteht darunter ein Verfahren zur Formgebung pulverförmiger Massen unter Verwendung eines Kunststoffes, der sich unter Druck, wie eine Flüssigkeit hoher Viskosität verhält. Der Kunststoff dient gleichzeitig als Formmaterial und als Druckübertragungsmittel.

Es ist bekannt, daß Kunststoffe in der keramischen Industrie zum Einsatz kommen. Beim isostatischen Pressen nach dem Naßmatrizenverfahren wird als flexibles Formenmaterial vor allem gummiartiges Material verwendet.

Formenmaterial auf der Basis von PVC kann als Ersatz für Gipsformen beim Drehen und Gießen zum Einsatz kommen. Dabei wird eine Mischung von PVC-Pulver verschiedener Körnung bei einer Temperatur von 200 °C gesintert. Die so hergestellten PVC-Formen sind porös und wesentlich widerstandsfähiger gegen Wärme und Abrieb als Gipsformen.

Es ist weiterhin bekannt, das Organogele, wie z.B. Vinamold, zum quasi-isostatischen Pressen angewendet werden können. Das Preßpulver kann vom Organogel allseitig umhüllt werden. Unter Druckbeaufschlagung geht das Organogel, daß sich in einem Rezipienten befindet,

in den zähflüssigen Zustand über. Der Druck wird allseitig auf das Preßpulver übertragen. Auf diese Weise ist es möglich, einfache geometrische Gegenstände herzustellen.

Die Preßformherstellung auf der Basis von Polyurethan-Elastomeren ist ebenfalls möglich. Es wurde bereits bekannt, Formmaterial aus Polyurethan-Elastomeren, die durch Umsetzung eines Diisocyanates mit einem Polyol in Gegenwart von Kettenverlängeren und Katalysatoren entstehen, als Preßwerkstoffe zu verwenden. Das auf dieser Basis hergestellte Material soll Härten von Shore A 30 bis 100° aufweisen. Bei der Entwicklung derartiger Preßformen wurde davon ausgegangen, ein Material herzustellen, das sich unter Druck nicht verflüssigt. Da aber nur durch den Gel-Sol-Übergang unter Druck der hydrostatische Zustand und folglich die allseitige Druckeinwirkung auf das zu verdichtende Material erreicht wird, sind bei Anwendung von solchen Preßformen die gleichen Nachteile betreffs der Homogenität der Preßlinge wie beim Trockenpressen zu erwarten, denn nur durch die allseitige Druckeinwirkung ist es möglich, homogene Preßlinge herzustellen. Dieser Zustand wird gerade beim quasi-isostatischen Pressen durch die reversible Gel-Sol-Umwandlung erreicht.

Die Erfindung verfolgt deshalb den Zweck, die Herstellung von Henkeln für Tassen und andere keramische Gegenstände zu mechanisieren und eine Nachbearbeitung zu vermeiden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Henkel aus keramischen Sprühgranulat quasi-isostatisch zu pressen. Der Zustand der Henkel nach dem Pressen soll eine Nachbearbeitung nicht mehr erforderlich machen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß als Formenmaterial ein Gemisch aus PVC und Weichmacher zum Einsatz kommt. Als Weichmacher können einzeln oder als Mischung verwendet werden:

Dioctylphtalat, Trikresylphosphat, sowie die Ester der Dikarbonsäuren wie Adipin-, Azelain-, Sebazin- und Bernsteinsäure (z.B. Dioktyladipinat, Dioktylazelainat und Dibutylsebazinat). Durch das Verhältnis von Weichmacher und PVC-Pulver kann die Härte des Formenmaterials im Bereich von 2,5° Shore A-Härte an aufwärts bis ≤ 20° variiert werden. Zur Vermeidung thermischer Zersetzungen des PVC werden Wärmestabilisatoren zugegeben. Als Stabilisator eignen sich: Soda, Harnstoff, Epoxybucylester sowie Dibutyl-Zinnverbindungen. Durch die Verwendung von Stabilisatoren wird die Bildung von Chlorwasserstoff beim Erwärmen verhindert.

Aus den Rohstoffen wird bei Temperaturen zwischen 150 und 200 °C, vorzugsweise 170 °C, eine blasenfreie, zähflüssige Plastmasse hergestellt. Die Plastmasse wird für 200 bis 400 min auf dem angegebenen Temperaturbereich gehalten. Diese Plastmasse wird in einen kreisförmigen Rezipienten aus Stahl oder in einen Behälter, der das dem Rezipienten in Gestalt und Größe entspricht, gegossen, in dem sich ein Kern aus gehärtetem Stahl oder aus Sinterkorund befindet. Desweiteren befindet sich im Rezipienten noch eine Tauchform in Gestalt eines Henkels mit zum Kern aufeinander abgestimmten Maßen. Die Tauchform hat außerdem noch einen Ansatz, der in der Plaste-Preßform die Öffnung für das Einfüllen des zu verpressenden Pulvers über die Henkel freiläßt. Diese Öffnung wird während des Preßvorganges mit von dem Druckstempel des Rezipienten ausgefüllt und verschlossen. Die Tauchform kann aus Stahl, temperaturbeständigen Harzen oder keramischen Massen bestehen. Nach Abkühlung der Plast-

masse wird die Tauchform entfernt, so daß in der Pressenform ein Hohlraum in Form eines Henkels verbleibt, der das keramische, zu verpressende Pulver aufnimmt.

Als geeignetes Formenmaterial haben sich Mischungen im Bereich von 20 - 30 % PVC und dementsprechend 80 - 70 % Weichmacher erwiesen. Die Pressenformen entsprechen dann einer Shore A-Härte zwischen 3 und 18°. Dabei werden zerstäubungsgetrocknetes PVC-Pulver und als Weichmacher vorzugsweise Dioctylphalat verwendet. Die Wärmestabilisierung wird beispielsweise durch Zusatz von 1,5 % BTS 8 einer schwefelhaltigen Dibutyl-Zinnverbindung erreicht. Durch intensives Rühren wird eine homogene Suspension von Weichmacher, PVC-Pulver und Stabilisator hergestellt. Die Mischung wird erhitzt auf 170 °C. Die Erhitzungsdauer richtet sich nach dem PVC-Weichmacher-Verhältnis. Sie beträgt bei einem PVC-Gehalt von 20 % 240 min, bei 30 % dagegen 360 min. Die blasenfreie zähflüssige Plastmasse wird in eine Matrize gegossen. Während des Abkühlens kommt es zur Gelierung.

Die Formen besitzen den Vorteil, daß sie sich unter Druck gut verflüssigen, eine gleichmäßige Oberflächengüte aufweisen, formstabil sind und deswegen eine hohe Abformzahl zulassen, ohne daß an den Henkeln Grat auftritt, der durch Handarbeit beseitigt werden muß. Die Formen sind maßhaltig. Die Härte läßt sich variieren und die verbrauchten Formen können erneut eingeschmolzen und vergossen werden.

Die Henkel werden derartig hergestellt, daß die Form des keramischen Henkels quasi-isostatisch auf einen Kern gepreßt wird. Der Kern befindet sich in einem kreisförmigen Rezipienten aus Stahl (St 70) und wird vom Formenmaterial umgeben. In einem Hohlraum, der der Form des Henkels entspricht und vom Kern einerseits

sowie vom Formstoff andererseits begrenzt wird, befindet sich das keramische Pulver. Als Preßpulver wird wegen seiner guten Rieselfähigkeit Porzellansprühgranulat verwendet. Das Granulat besitzt eine mittlere Formgröße von 120 bis 180 µm bei einem Feuchtegehalt von 0,5 bis 4,5 %. Das Sprühgranulat läßt man durch ein Fülloch in die Matrize rieseln. Das Fülloch bildet den Abschluß des Henkels und muß in seiner Größe der Breite des Henkels entsprechen. Eine andere Möglichkeit des Füllens besteht darin, daß von der Unterseite des Rezipienten über ein Leitungssystem mit Ventilen das Sprühgranulat in die Form geblasen wird. Nach dem Füllen wird der Formstoff mit Druck beaufschlagt, indem ein Druckstempel in den Rezipienten eingeführt wird. Um das Herauspressen des flüssigwerdenden Plastmaterials zu vermeiden, muß der Stempel mit saugendem Preßsitz eingepaßt werden. Nach Erreichen des Arbeitsdruckes, der in der Größenordnung von 250 bis 800 kp $\cdot$ cm^{-2} liegen sollte, wird mit einer Geschwindigkeit von 50 kp $\cdot$ cm^2 pro sec entlastet. Nach Entfernen des Plastmaterials kann der Henkel vom Kern abgenommen werden. Als Kernmaterial eignet sich hochwertiger gehärteter Stahl oder Sinterkorund. Durch Variation des Preßdruckes ist es möglich, Henkel der gleichen Packungsdichte, wie die der plastisch hergestellten Tassen zu pressen. Dies ist wegen der Abstimmung der Schwindungsverhältnisse während der Sinterung zu beachten.

Die Erfindung soll nachstehend an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Beispiel 1

76 Teile Weichmacher Dioctylphtalat werden mit 24 Teilen PVC-Pulver intensiv vermischt. Das zerstäubungsgetrocknete PVC-Pulver hatte < 3% Kornanteil > 0,2 mm. Durch einen Zusatz von 1,5 Teilen BTS 8 einer schwefel-

haltigen Dibutyl-Zinnverbindung wird die Suspension stbilisiert. Die so hergestellte Mischung wird 240 min bei 170 °C erhitzt. Die blasenfreie zähflüssige Plastmasse wird in eine Matrize gegossen, die den Abmaßen des Rezipienten entspricht. In der Matrize befindet sich bereits der Kern und eine Tauchform aus Stahl, die der Gestalt des Henkels entspricht. Kern und Tauchform sind in ihren Maßen genau aufeinander abgestimmt. Nach der Abkühlung und Verfestigung des Plastwerkstoffes wird die Tauchform entfernt. Der Hohlraum, der durch die Entnahme der Tauchform entsteht, entspricht dem Füllraum für das Granulat. Der so hergestellte Plastwerkstoff besitzt eine Härte von 7,5° Shore Härte A nach TGL 14365.

Der Plastformeinsatz kann jetzt in den Rezipienten der Preßform, in dem sich der gehärtete Metallkern (St 70) befindet, eingesetzt werden. Ein Porzellanmassesprühgranulat mit einem Feuchtegehalt von 0,6 % und einer mittleren Korngröße von 145 /um läßt man durch die Füllöffnung einrieseln.

Gepreßt wird mit einem Druck von 250 $kpcm^{-2}$. Nach einer Druckhaltezeit von einer Sekunde wird in fünf Sekunden entlastet. Der Plastwerkstoff und der Henkel können dem Rezipienten entnommen werden. Der so hergestellte Henkel besitzt eine Rohdichte von 1,65 gcm^{-3} und kann an plastisch hergestellte Tassengrundkörper angeklebt werden. Die Rauhtiefe beträgt 43 /um.

Beispiel 2

Abfälle der Preßformenherstellung und verschlissene Preßformen werden bei 170 °C 180 Minuten erhitzt. Die zähflüssige blasenlose Flüssigkeit wird in eine entsprechende Matrize mit Kern und Tauchform gegossen. Der nach dem Abkühlen erhärtete Plastwerkstoff wird nach Entfernung der Tauchform in den Rezipienten

eingesetzt. Im Rezipienten befindet sich bereits ein Kern aus Sinterkorund. Nach Einfüllen des Porzellansprühgranulates von 1,5 % Feuchtegehalt und einem mittleren Korndurchmesser von 145 /um wird mit einem Druck von 750 kpcm^{-2} gepreßt, eine Sekunde der Druck gehalten und in 15 Sekunden entlastet. Der Plastwerkstoff und der Henkel können dem Rezipienten entnommen werden. Der Henkel besitzt eine Rohdichte von 1,80 gcm^{-3} und eine Rauhtiefe von 40 /um.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung einer Pressenform mit einer Shore A ≤ 20° für die keramische Formgebung, vorzugsweise zum quasi-isostatischen Pressen von Tassenhenkeln, unter Verwendung PVC-haltiger Materialien, dadurch gekennzeichnet, daß aus den Rohstoffen

   20 bis 30 % PVC-Pulver, zerstäubungsgetrocknet,
   70 bis 80 % Weichmacher,
   0,5 bis 2 % Wärmestabilisator

   bei Temperaturen zwischen 150 und 200 °C vorzugsweise 170 °C, und einer Haltezeit von 200 bis 400 min eine blasenfreie zähflüssige Plastmasse hergestellt und in einen kreisförmigen Rezipienten aus Stahl in einen Behälter, der dem Rezipienten in Gestalt und Größe entspricht, in den vorher ein Kern aus gehärtetem Stahl oder aus Sinterkorund und eine Tauchform in Gestalt eines Henkels mit aufeinander abgestimmten Maßen eingebracht wird, gegossen, abgekühlt und danach die Tauchform entfernt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Weichmacher Dioctylphtalat, Trikresylphosphat sowie die Ester der Dikarbonsäuren, wie Adipin-, Azelain-, Sebazin- und Bernsteinsäure (z.B. Dioktyladipinat, Dioktylazelainat und Dibutylsebazinat) oder eine Mischung derselben verwendet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Wärmestabilisator eine Dibutyl-Zinnverbindung oder ein anderes, an sich bekanntes Material, wie Soda, Harnstoff oder Epoxybucylester verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Tauchform aus Stahl, temperaturbeständigen Harzen oder keramischen Massen hergestellt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung aus 24 Teilen PVC-Pulver, 76 Teilen Dioctylphtalat und 1,5 Teilen BTS 8 einer schwefelhaltigen Dibutyl-Zinnverbindung für 240 min auf 170 °C erhitzt wird.