



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

251972
(11) (B1)

{51} Int. Cl.⁴
C 04 B 37/00

(22) Prihlášené 08 03 85
(21) [PV 1642-85]

(40) Zverejnené 18 12 88

(45) Vydané 15 09 88

{75}

Autor vynálezu

PULC VOJTECH doc. ing. CSc., BRATISLAVA

{54} Spôsob prípravy výliskov izostatickým lisovaním

1

2

Riešenie sa týka problému zlepšenia mechanických vlastností z tvrdých práškových materiálov vyrobených izostatickým lisovaním. Podstata prípravy výliskov spočíva v tom, že na práškový keramický materiál, ktorého častice sú obalené organickým spojivom, sa pôsobí rozpúšťadlom vo forme pár, ktoré rozpúšťa organické spojivo v čase 1 až 20 hod. pri tlaku 0,1 až 0,2 MPa. Následne sa izostaticky lisuje tlakom do 400 MPa pri teplote nižšej, ako je teplota topenia lisovaného materiálu, a suší pri teplote nižšej, ako je zápalná teplota pár rozpúšťadla. Spôsob prípravy výliskov možno využiť pri výrobe špeciálnej keramiky a v práškovej metalurgii.

Vynález sa týka spôsobu prípravy výlis-
kov izostatickým lisovaním z práškoveho
materiálu, ktorého častice sú upravené or-
ganickým spojivom.

Pri výrobe veľkých, tvarovo zložitých sú-
čiastok z práškových materiálov sa používa
izostatické lisovanie. Pri tomto sa prášok u-
miestnený v elastickej forme, tvaru hotovej
súčiastky, lisuje všestranným tlakom kva-
paliny, účinkom ktorej dochádza k rovno-
mernej deformácii a zhutneniu výlisku. Cie-
ľom tejto operácie je získať polotovar poža-
dovaného tvaru a rozmerov, určený pre ďal-
šie spracovanie. Dôležitým kritériom kvali-
ty výlisov je ich tuhosť, ktorú možno vy-
jadriť mechanickými vlastnosťami ako sú
pevnosť v ohybe, pevnosť v tlaku a iné. Tie-
to zabezpečujú odolnosť výlisku proti jeho
mechanickému poškodeniu pri spekaní. Zvý-
šené nároky na odolnosť proti mechanic-
kému poškodeniu sú kladené na výlisky, kto-
ré sú po lisovaní podrobené operáciám me-
chanického spracovania ako napr. sústruže-
nie, vŕtanie, frézovanie a pod.

Súdržnosť prášku je daná účinkom adhéz-
nych a kohéznych síl pôsobiacich v styč-
ných plochách medzi časticami. Veľkosť
týchto síl a z toho vyplývajúca tuhosť vý-
lisku je u práškových materiálov najviac zá-
vislá na veľkosti styčnej plochy medzi čas-
ticami, inými slovami na veľkosti merného
povrchu prášku. So zjemňovaním prášku,
t. j. so zväčšovaním jeho merného povrchu
sa tuhosť výlisku zvyšuje. V prípade izosta-
tického lisovania veľmi jemných práškov s
rozmermi častíc poriadku mikrometre, je
možné dosiahnuť relatívne dobrú tuhosť vý-
lisov i pri lisovaní prášku bez prísad o-
vplyvujúcich jeho lisovateľnosť. Ťažkosti
vznikajú pri lisovaní veľmi tvrdých, naprí-
klad keramických práškov rádovo desiat-
ky mikrometrov, kde tuhosť výlisov po i-
zostatickom lisovaní je veľmi nízka. Také-
to prášky sa používajú v prípadoch, keď po
lisovaní sa má získať pórovitý výlisok, kto-
rý sa speká za spolupôsobenia chemických
reakcií.

Ide napríklad o spekanie pri súčasnej re-
dukcii povrchových oxidických vrstiev práš-
ku, spekanie spojené s transformáciou vý-
chodiskových fáz na požadované fázy v re-
akčnej plynnej atmosfére a pod. V takých-
to prípadoch je možné tuhosť izostaticky li-
sovaných súčiastok ovplyvňovať pomocou
rôznych prísad zlepšujúcich lisovateľnosť
prášku a zvyšujúcich adhézne a kohézne sí-
ly medzi časticami.

Pri doterajších spôsoboch izostatického
lisovania práškových materiálov pri izbo-
vej teplote sa prášok lisuje obvykle v u-
zatvorenom puzdre z elastickeho poddajné-
ho materiálu napr. z gumy, plastu a pod.
Súčiastky sa lisujú najčastejšie bez spojiva
pri tlaku najmenej 100 MPa pri izbovej tep-
lote alebo pri iných teplotách, ktoré sú však
podstatne nižšie ako je spekacia teplota da-
ného materiálu. Potom sa výlisky podľa po-

treby opracovávajú na bežných obrábacích
strojoch na želaný tvar. Na zvýšenie tuhos-
ti izostaticky lisovaných súčiastok sa pou-
žívajú rôzne prísady, ktoré sa do prášku pri-
dávajú ešte pred jeho lisovaním. Tieto sa
po vybratí výlisku z puzdra odstraňujú ohre-
vom na teploty, pri ktorých nastáva ich
sublimácia alebo spálenie. Na zmenšenie
trenia medzi časticami a zvýšenie tuhosti
prášku sa obvykle používa prísada 1 až 5
hmot. % vosku, a to buď vo forme jemné-
ho prášku, alebo vo forme emulzie. Známy
je spôsob pridávania vosku vo forme horú-
ceho benzólového roztoku, ktorý je homo-
génne rozmiešaný s keramickým práškom.
Po odstránení rozpúšťadla je voskom oba-
lený prášok pretlačený cez sito za účelom
získania sypkej tvarovateľnej hmoty, ktorá
sa ďalej izostaticky lisuje tým istým spôso-
bom, ako čistý prášok. Nevýhodou uvede-
ných spôsobov zvyšovania tuhosti výlisku
je, že vypaľovaním vosku sa obyčajne tvoria
produkty krakovania, ktoré nie je možné
spoľahlivo z výlisku odstrániť, a ktoré ne-
priaznivo vplývajú na priebeh spekania pri
spôsobení chemických reakcií. Nevýho-
dou je tiež zhoršenie sypných vlastností zme-
si.

Pri zvyšovaní tuhosti výlisov sa ako prí-
sada používajú tiež rôzne organické spojivá,
napr. methylcelulóza, nitrocelulóza, poly-
styrol a pod. Sú to ľahko odkúriteľné spoji-
vá, ktoré sa najčastejšie pridávajú vo forme
roztokov, ktoré sa pred lisovaním ho-
mogénne rozmiešajú s keramickým práš-
kom, takže vznikne plastická tvarovateľ-
ná zmes, v ktorej sú jednotlivé častice do-
konale obalené spojivom. Takúto zmes mož-
no pripraviť i takým spôsobom, že sa spoji-
vo do keramického materiálu pridá v práš-
kovej forme a zmes sa zmieša spolu s roz-
púšťadlom, ktoré rozpustí prítomné spojivo,
ktoré potom obalí častice prášku a zabez-
pečí väzbu medzi nimi. Uvedené spôsoby
zvyšovania pevnosti výlisov sa používajú pri
bežných spôsoboch lisovania keramických
práškov v kovových formách alebo v konti-
nuálnych pretlačovacích lisoch, kde je mož-
né lisovaný prášok ľahko spracovať vo for-
me tvarovateľnej plastickej hmoty.

Uvedený spôsob zvyšovania pevnosti vý-
lisov však nie je možné použiť pri izosta-
tickom lisovaní tvrdých práškových mate-
riálov v elastickej forme. Najväčšie
problémy vznikajú pri plnení foriem. Vzhľa-
dom na radiálne zníženie sypných vlastnos-
ti zmesi, v dôsledku prítomnosti polotekuté-
ho alebo tekutého spojiva, dochádza pri pl-
není foriem k vzniku rôznych anomálií, ako
sú uzatvorené vzduchové bubliny, nerovno-
merná hustota zmesi, nevyplnené odľahlé a
zničené miesta výlisku a pod. Výsledkom to-
ho je vznik zdeformovaných výlisov, ktoré
nie je možné pre ďalšie spracovanie použiť.

Nedostatky uvedených spôsobov odstra-
ňuje spôsob prípravy výlisov izostatickým

lisovaním z práškoveho keramického materiálu, ktorého častice sú upravené organickým spojivom, ako sú deriváty celulózy, polyetylén, polystyrén, akryláty v množstve 1 až 20 % hmot., ktorého podstatou je, že na upravený práškový keramický materiál sa pôsobí organickým rozpúšťadlom vo forme pár, ktoré rozpúšťa organické spojivo v čase 1 až 20 hod. pri tlaku 0,1 až 0,2 MPa. Následne sa zmes izostaticky lisuje tlakom do 400 MPa pri teplote nižšej ako je teplota topenia lisovaného materiálu a suší sa pri teplote nižšej ako je zápalná teplota pár rozpúšťadla.

Veľkosť častíc prášku môže byť až do 200 μm . Množstvo organického spojiva závisí od granulometrického zloženia prášku a od požadovanej pevnosti výlisku. Množstvo rozpúšťadla potrebné na rozpustenie organického spojiva pri úprave prášku sa volí tak, aby vznikla ľahko miešateľná poľutekutá až tekutá suspenzia, v ktorej každá častica je obalená roztokom spojiva. Zo zhomogenizovanej suspenzie sa potom odstráni organické spojivo odparením na voľnom vzduchu alebo vo vákuu do $5 \cdot 10^{-2}$ Pa pri teplote nižšej ako je zápalná teplota pár rozpúšťadla. Čiastočne alebo úplne vytvrdená hmota sa ďalej zjemní niektorými zo známych spôsobov, ako je napr. pretláčanie cez sito, mletie v guľových mlynch a pod. Týmto spôsobom sa získa granulovaná zmes, v ktorej jednotlivé častice prášku sú pokryté rovnomernou vrstvou tuhého organického spojiva. Zmes sa vyznačuje vysokou sypnosťou, čo umožňuje ľahké a homogénne naplnenie elastických foriem, a to bez ohľadu na tvar a rozmery výlisku.

Po naplnení a uzatvorení formy sa táto vákuuje na tlak do $5 \cdot 10^{-2}$ Pa s cieľom odstrániť vzduch s voľného priestoru medzi granulami. Po odstránení vzduchu sa do vnútra formy privedie rozpúšťadlo v plynnom stave o tlaku rovnajúcemu sa približne tlaku okolitej atmosféry. Pary rozpúšťadla rovnomerne vyplnia voľný priestor me-

dzi granulami zmesi, pričom ich účinkom dochádza k zmäkčeniu prítomného spojiva. Čas pôsobenia pár rozpúšťadla na organické spojivo sa pohybuje v rozsahu od 1 do 20 hod.

Prášok spolu so zmäkčeným spojivom sa potom izostaticky lisuje pri tlaku do 400 MPa pri izbovej teplote alebo pri teplotách podstatne nižších, ako je spekacia teplota daného materiálu. V dôsledku lepiaceho účinku zmäkčeného spojiva a za spolupôsobenia izostatického tlaku nestane tesné spojenie jednotlivých častíc prášku. Po odstránení elastického obalu sa výlisk nakoniec vysuší pri teplote nižšej ako je zápalná teplota pár rozpúšťadla. Pri tomto dochádza k odstráneniu rozpúšťadla a k definitívnemu vytvrdeniu výlisku.

Popísaný spôsob bol použitý pri izostatickom lisovaní práškoveho kremíka. Lisovaný prášok bol pripravený mletím polovodičového kremíka vysokej čistoty o tvrdosti HM 100—1 250.

Maximálny rozmer častíc prášku bol 50 μm . Prášok bez organického spojiva sa vyznačoval veľmi zlou lisovateľnosťou, čo sa prejavovalo v mimoriadne nízkej tuhosti výliskov. Pevnosť v tlaku bola nižšia ako 4,7 MPa. Pripravili sa granule obsahujúce 1,5 perc. hmot. polymetylnetakrylátu rozpustného v chloroforme a lisovali sa izostaticky tlakom 400 MPa. Pevnosť výliskov spojivom bez pôsobenia pár chloroformu bola 4,7 MPa. V rovnako upravenej ďalšej vzorke sa vsádzka pred lisovaním vevakuovala vodnou vývevou tlakom 1 590 Pa a pôsobilo sa na ňu parami chloroformu počas 2 hodín. Pevnosť v tlaku výsledného výlisku za tých istých podmienok ako v prvom prípade bola 19,8 MPa. Okrem vysokej pevnosti sa výlisky prejavovali homogénnou štruktúrou v celom objeme, a to bez ohľadu na ich tvar a rozmery.

Uvedený spôsob možno použiť pri príprave výrobkov špeciálnej keramiky a v práškovej metalurgii.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob prípravy výliskov izostatickým lisovaním z keramického alebo kovového práškoveho materiálu, ktorého častice sú upravené organickým spojivom, ako sú deriváty celulózy, polyetylén, polystyrén, akryláty v množstve 1 až 20 % hmot., vyznačujúci sa tým, že na upravený práškový keramický alebo kovový materiál sa pôsobí organickým rozpúšťadlom vo forme pár, ktoré rozpúšťa organické spojivo v čase 1 až 20

hod. pri tlaku 0,1 až 0,2 MPa, následne sa izostaticky lisuje tlakom do 400 MPa pri teplote nižšej ako je teplota topenia lisovaného materiálu a suší sa pri teplote nižšej ako je zápalná teplota pár rozpúšťadla.

2. Spôsob prípravy výliskov podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že pred pôsobením rozpúšťadla vo forme pár sa z priestoru medzi granulami upraveného prášku evakuje vzduch na tlak do 1,3 Pa.