Список использованных сокращений и наименований 6

Введение 7

1. Общая информация о центробежном литье 9

1.1. Общие сведения 9

1.2. Формирование отливки при центробежном литье 10

1.3. Функционально-градиентные материалы и способы их получения 12

2. Экспериментальная часть 20

2.1. Оборудование и оснастка 20

2.2. Физическое обоснование процесса переноса 23

2.3. Определение теплофизических характеристик материала 23

2.4. Определение режима нагрева суспезируемых заготовок 25

2.5. Определение соответствия течения исследуемой суспензии закону Стокса. Схема экспериментов 29

3. Математическая модель 33

3.1. Предположения и допущения 33

3.2. Решение 34

3.3. Результат 34

3.4. Анализ 37

4. Экспериментальное исследование микроструктуры отливок 38

Заключение 48

Список использованной литературы 49

Приложение 1 51

# Список использованных сокращений и наименований

КМ — композит, композиционный материал.

ФГМ — функционально-градиентный материал.

ГКМ — градиентный композиционный материал.

КОСП — критическое объемное содержание порошка.

ДСК — дифференциальная сканирующая калориметрия.

PIM — powder injection molding (литье порошковых смесей).

Фидсток – смесь металлического спекаемого порошка и полимера, используемая в PIM-процессе.

«Зеленая» деталь – заготовка детали, получаемая после впрыска твердожидкой суспензии в пресс-форму инжекционной машины под высоким давлением.

# Введение

**Актуальность.** В России и особенно за рубежом активно ведутся исследования, связанные с центробежным литьем изделий из композиционных материалов с различными матрицами, наполненными частицами различного диаметра (от микро- до наноразмерных). При получении изделий из изотропных объемно-армированных композиционных материалов возникает ряд проблем, связанных с тем, что с повышением концентрации частиц наполнителя существенно ухудшаются технологические и механические свойства: обрабатываемость резанием и давлением, пластические свойства материала и жидкотекучесть суспензии.

При помощи центробежного литья из таких суспензий удается производить изделия, имеющие неоднородное, но управляемое распределение армирующего наполнителя, следовательно, и градиентные свойства. При этом стоимость изготовления таких изделий достаточно низка. Материалы подобного типа принято называть функционально-градиентными (ФГМ, FGM). В градиентных КМ (ГКМ) такие специальные свойства, как высокая твердость, износостойкость, повышенная ударная вязкость, уменьшенная склонность к трещинообразованию, низкий коэффициент термического расширения, могут быть получены в заданных локальных зонах изделия

**Целью** данной работы является изучение влияния центробежных сил на текучесть высоконаполненных суспензий, используемых в PIM – технологиях, и одновременно, изучение возможности и закономерностей перераспределения стальных и более тяжелых частиц в расплаве полимера с достаточно прочной каркасной структурой наполнителя, а также определение физико-механических свойств материала до и после данного воздействия.

Для достижения поставленной цели в работе решаются следующие задачи:

* конструирование и изготовление специальной оснастки, пригодной для работы с материалом «зеленой» детали, подготовка центробежной машины к работе;
* определение режимов нагрева и охлаждения фидстока Catamold FN08 (легкоплавкий полимер, наполненный стальным порошком), обеспечивающих требуемую длительность его нахождения в суспензированном твердожидком состоянии;
* проведение предварительного эксперимента и выбор режима работы центробежной машины для определения закономерностей переноса и перераспределения стальных и более тяжелых частиц в расплаве полимера;
* разработка математической модели, описывающей влияние центробежных сил на распределение частиц;
* анализ результатов расчета и экспериментальных данных.

# 1. Общая информация о центробежном литье

## 1.1. Общие сведения

Центробежным литьем называется способ изготовления отливок, при котором залитый в форму металл подвергается действию центробежных сил.

Центробежные силы возникают в жидком металле при заливке его во вращающуюся форму или, в отдельных случаях, в результате приведения уже заполненной формы во вращательное движение [1]. В данной работе будет использована последняя схема воздействия центробежных сил.

Формы приводят во вращательное движение специальные машины, называемые центробежными.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 1.1. Схема центробежного литья [1] |

При центробежном литье возможно применение металлических и разовых форм, изготовленных из различных материалов, что позволяет комбинировать (совмещать) центробежное литье с другими литейными процессами, такими, например, как литье по выплавляемым моделям. Одна из перспективных задач – совместить достоинства центробежного литья с потенциалом другой новейшей литейной технологии, получившей название PIM-технология. Так сегодня называют процесс, объединяющий в себе литье под давлением полимерной суспензии, наполненной очень мелкими порошками, и технологию спекания порошков: процесс, позволяющий получать детали сложной геометрической формы в многоразовой оснастке и снизить или совсем устранить необходимость дальнейшей механической обработки, что при массовом производстве дает возможность получать дешевые изделия с высокими механическими характеристиками.

Центробежное литье имеет ряд собственных преимуществ:

* отливки имеют высокую плотность;
* меньший расход материала вследствие отсутствия литниковой системы или уменьшения массы литников;
* улучшение заполняемости форм;
* возможность получения отливок из материалов, обладающих низкой жидкотекучестью.

## 1.2. Формирование отливки при центробежном литье

Напряженность поля центробежных сил определяется величиной центробежной силы, действующей на единицу объема материала, и выражается формулой

, (1)

где  – плотность материала,  – угловая скорость вращения формы, *r* – радиус вращения точки отливки.

Величина *q* может рассматриваться как эффективная плотность вращающегося металла. Отношение  – гравитационный коэффициент (перегрузка), являющийся коэффициентом пропорциональности между  и *q*. Величина гравитационного коэффициента может колебаться в широких пределах — от нескольких единиц до сотен. Физическая среда, даже очень вязкая, но с большой эффективной плотностью, может легко перемещаться в формообразующей полости, воспроизводя ее конфигурацию.

Вторая отличительная особенность центробежного литья состоит в том, что если твердая частица помещена в материал и ее плотность отлична от плотности жидкости, то действующее на частицу всестороннее давление не уравновешивается ее центробежной силой. Вследствие этого частица начнет перемещаться в радиальном направлении в ту или иную сторону. Сила, под действием которой перемещается частица, описывается следующим выражением:

, (2)

где *V* – объем частицы,  – плотность частицы.

При  частица движется от оси вращения, иначе она движется к оси вращения. Данное соотношение не относится к частицам, не соприкасающимися со стенками формы или образующим каркасы. В подобных ситуациях частицы перемещаются по иным законам, зависящим от эффективной вязкости среды.

Следует отметить, что вязкость материала, содержащего твердые частицы, повышается с повышением объемного содержания частиц. Для частиц микронного размера зависимость вязкости от объемного наполнения *Vf*частицами может быть описана [6] формулой:

 (3)

где  — кажущаяся вязкость,  — вязкость ненаполненного («чистого») материала.

Данный факт ограничивает максимальное объемное содержание частиц в суспензиях, используемых для литья, так как начиная с некоторого значения объемного наполнения начинается резкий рост вязкости среды (рис. 1.2), что затрудняет ее движение по литниковой системе и препятствует полноценному заполнению полостей формы. Такое значение объемного содержания называется критическим (оптимальным) объемным содержанием порошка (КОСП). Для фидстоков, используемых в традиционных PIM-технологиях, его значение составляет около 65%.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 1.2. Рост вязкости суспензии при увеличении объемного содержания порошка [2] |

Перемещение частиц под действием центробежных сил может быть использовано как для увеличения КОСП, так и для изготовления функционально-градиентных материалов.

## 1.3. Функционально-градиентные материалы и способы их получения

Функционально-градиентными материалами называют материалы, имеющие градиентную структуру (состав) в определенном направлении, т. е. градиентное распределение наполнителя в матрице. В градиентных КМ некоторые свойства, например высокая твердость, износостойкость, могут быть получены в заданных зонах изделия. Градиент может быть получен по электрическим, механическим, термическим и др. свойствам.

Существует два типа ФГМ: с непрерывной и дискретной (ступенчато изменяющейся) структурой. В первом случае изменение состава и/или микроструктуры происходит непрерывно, а во втором – ступенчато (дискретно). В большинстве случаев стремятся получить ФГМ с плавно изменяющейся структурой, поскольку наличие скачков свойств между слоями приводит к концентрации напряжений.

ФГМ можно получить [20, 21] при помощи таких методов, как изостатическое прессование, гравитационное литье, центробежное литье, избирательное лазерное спекание, компрессионное формование, порошковая металлургия, пропитка матрицы с градиентной пористостью жидким металлом, термическая и термохимическая обработка поверхности, напыление, прокатка. При помощи центробежного литья могут быть получены цилиндрические и кольцевые детали с градиентом свойств в радиальном направлении, методами гравитационного литья и порошковой металлургии — детали с градиентом свойств по толщине.

По порошковой технологии получены КМ с алюминиевой матрицей, армированные частицами керамики с объемным содержанием не более 35%, однако есть примеры [3] увеличения количества частиц до 77%. В качестве наполнителя использовались порошки карбида кремния (SiC), электрокорунда (Al2O3), карбида титана (TiC) и др. Такие КМ изготавливают путем смешивания порошка алюминия и армирующих частиц, экструзии смеси и последующего спекания. Из-за проблем контроля качества связи между наполнителем и матрицей, наличия оксидных пленок и большого числа контактов частиц данные материалы имеют высокою пористость, а методы не позволяют получать материалы с гарантированным уровнем характеристик.

Считается, что эти недостатки могут быть устранены при совмещении наполнителя с матрицей, находящейся в жидком состоянии, но для этого необходимо, чтобы наполнитель смачивался матрицей, что обеспечит прочность границы между матрицей и наполнителем.

Формировать композиционные материалы можно при помощи пропитки преформ. Так был получен материал, содержащий 40-50 об. % Al2O3 в алюминиевой матрице. Преформа, имеющая пористость 40-60%, состояла из керамической смеси и была пропитана под давлением жидким алюминием. При этом плотность полученного материала составила 100%. Объемное содержание армирующих частиц может быть повышено при пропитке армирующего наполнителя металлическим расплавом под давлением. Однако в последнем случае невозможно получить КМ с заданным содержанием наполнителя. Таким образом были получены КМ, содержащие до 61% частиц SiC.

Как было сказано выше, одним из способов изготовления литых заготовок с градиентной структурой является центробежное литье. Данный способ позволяет создавать поверхностные зоны с повышенной концентрацией армирующих частиц, а также решать многие проблемы изготовления слоистых и градиентных композитных материалов с заданным уровнем свойств и структурой. Так могут быть получены функционально-градиентные материалы с непрерывно изменяющимися свойствами, что позволяет избегать концентрации напряжений, так как отсутствуют скачки свойств между слоями. При помощи данного метода можно достичь высокого содержания наполнителя в поверхностных слоях. Данным методом [17] был получен КМ, имеющий алюминиевую матрицу, армированный порошком SiC (до 63 об. %). Также имеются сведения о получении ФГМ Al-Ti (5% массы). Расплав имел температуру 9000С, при которой произошла реакция и образовались интерметаллиды Al3Ti, которые стали армирующей фазой. Объемное содержание интерметаллидов достигло 30% после центробежной обработки расплава при угловой частоте вращения 1260 об/мин.

Толщина, плотность, расположение градиентного слоя определяются вязкостью расплава, его температурой, разностью плотностей между расплавом и частицами, скоростью охлаждения, размером частиц, поверхностным натяжением на границе расплава и частицы, угловой частотой вращения, размерами детали и особенностями материала матрицы.

Различают три метода изготовления деталей с неоднородной структурой из материалов, находящихся под действием центробежной силы: центробежное литье (centrifugal casting), центробежное литье суспензий (centrifugal slurry method), центробежный способ пропитки (centrifugal pressurization method).

При центробежном литье (рис 1.3, а) к расплаву, содержащему однородные по размеру керамические или интерметаллидные частицы, прикладывается центробежная сила. Из-за различия плотностей расплава и частиц центробежная сила, воздействующая на них, различна, что приводит к формированию градиентного слоя.

Особенность центробежного литья суспензий строится на обязательном использовании в качестве наполнителя двух типов частиц: частиц 1-го типа, имеющих при заданной частоте вращения высокую скорость перемещения, и частиц 2-го типа, имеющих низкую скорость перемещения (рис 1.3, б). Такие частицы, перемещаясь в направлении действия вектора центробежной силы, за время отверждения жидкой фазы суспензии успевают переместиться на различные расстояния, формируя таким образом градиентную структуру литой заготовки. После полного отверждения неармированная часть объема заготовки удаляется.

При центробежном методе пропитки (рис. 1.3, в) центробежная сила создает только давление пропитки. В этом случае градиент состава должен быть создан в пористом каркасе, формируемом до пропитки и установленном в литейную форму.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | | |
| а) центробежное литье | б) центробежное литье суспензией | в) центробежный метод пропитки |
| Рис. 1.3. Высокоскоростные и низкоскоростные частицы [4] | | |

В данной работе будет изучаться влияние воздействия центробежных сил на материал «зеленой детали» Catamold FN08 — смесь полимера и стального порошка, используемая в PIM-процессе. Объемное содержание порошка в ней близко к критическому, вследствие чего вязкость суспензированного материала оптимальна для PIM-процесса. Схема перемещения такой суспензии по каналам литейной формы под давлением пуансона показана на рис. 1.4.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 1.4. Схема обтекания частиц жидкостью [5] |

***1.4. Литье под давлением полимеров, наполненных спекаемыми порошками***

PIM-технологии (Powder injection molding), чаще всего реализуемые как литье под давлением – это технологии массового производства сложных и точных изделий из металлических (MIM), керамических или интерметаллидных (CIM) порошков микронных, субмикронных и наноразмеров. Они объединяют классическое инжекционное формование пластмасс и технологию спекания порошков, позволяя получать детали сложной геометрической формы в многоразовой металлической оснастке и снизить или совсем устранить необходимость дальнейшей механической обработки. При массовом или серийном производстве мелких изделий сложной геометрической формы это дает возможность получать дешевые детали с высокими механическими характеристиками.

PIM-технология реализуется в четыре стадии: подготовка и производство фидстока, нагрев фидстока до состояния суспензии и запрессовка материала в литейную форму, удаление связующего, спекание.

В результате плавления полимерного связующего фидстока в шнековом канале экструдера и впрыска твердожидкой суспензии в пресс-форму инжекционной машины под высоким давлением получают заготовку детали, называемую "зеленой" деталью (green part). Следующий этап заключается в удалении полимерного связующего вещества из детали с помощью растворителя, термическим способом или с использованием катализаторов. Пористая заготовка детали, полученная после практически полного удаления связующего, называется "коричневой" (brown part). Заключительным этапом процесса является спекание в печи, при этом происходит залечивание пор и уплотнение материала за счет слияния частиц (finished part). Объем конечной детали меньше объема "зеленой" детали за счет усадки приблизительно на 15 - 26 % (линейная усадка может достигать 8-10%). В некоторых случаях, например, в автомобильной, медицинской и ракетно-космической промышленности, может быть использовано горячее изостатическое прессование для удаления остаточной пористости.

При спекании происходит не полное расплавление, а коагуляция частиц, т. е. уменьшение поверхности и объема при сохранении формы изделия.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 1.5 Коагуляция частиц при спекании [11] |

При помощи PIM-технологии могут быть получены детали, используемые в аэрокосмической, биомедицинской, автомобильной промышленности.

|  |
| --- |
|  |
| Рис 1.6. Деталь камеры сгорания [12] |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 1.7. Общая схема PIM-процесса и введение воздействия центробежной силы на зеленую деталь |

Задачей данной работы было введение дополнительной операции — воздействия центробежных сил на «зеленую» деталь для получения объемного содержания частиц выше критического и получения ФГМ — и изучение влияния этого воздействия на свойства детали.

# 2. Экспериментальная часть

## 2.1. Оборудование и оснастка

Для проведения экспериментов с воздействием центробежных сил на материал, находящийся в суспензированном состоянии, была подготовлена установка (рис. 2.1), состоящая из центробежной машины (справа) и печи для подогрева заготовок (слева).

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Рис. 2.1. Общий вид исследовательской установки | |

Схема центробежной машины приведена на рисунке 2.2. Она состоит из трёхфазного асинхронного электродвигателя, ременной передачи, платформы и закрепленной на ней съемной оснастки.. Частотный преобразователь, используемый для управления двигателем (в центре на рис. 2.1), позволяет производить плавное регулирование частоты вращения вала электродвигателя от 0 до 3600 об/мин. Ременная передача увеличивает передаточное отношение в 1.2 раза, что обеспечивает максимальную частоту вращения платформы, равную 4300 об/мин. В результате достигается перегрузка, равная 2200*g* (при радиусе 105 мм). В установке используется трехфазный асинхронный электродвигатель производства фирмы «Елпром ТРОЯН» с номинальной мощностью 0.75кВт.

Для проведения экспериментов была сконструирована и изготовлена нагреваемая оснастка, в виде съемной платформы (рис. 2.3, а), в которую симметрично закладываются две разъемные стальные прессформы (рис.2.3, б). Формообразующие полости выполнены в этих закладных элементах (рис.2.3, в) в виде глухого отверстия диаметром 5мм и длиной 70 мм.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.2. Схема установки : 1 – стол центробежной машины; 2 – съемная платформа; 3 – закладной элемент; 4 – исследуемый материал |

|  |  |
| --- | --- |
|  | |
| а) | |
|  |  |
| б) | в) |
| Рис. 2.3. Съемная платформа в сборе (а) и элементы формообразующей оснастки (б, в) | |

Закладные элементы имеют клиновидную форму и собираются (замыкаются) в ответных клиновидных каналах в корпусе платформы. Такая геометрия сборочного узла препятствует раскрытию стыка и появлению щели между половинами закладного элемента во время работы центробежной машины. Плоскость стыка между половинами должна быть отшлифована для обеспечения герметичности формы. При несоблюдении этого условия часть исследуемого материала может под действием центробежной силы вытекать в стык между половинами формообразующего элемента.

Для проведения опыта формообразующая полость заполняется твердым исследуемым материалом (зеленая деталь из материала Catamold FN08 в виде цилиндрического или конического стержня соответствующих размеров, позиция 4 на рис. 2.2). Вся платформа в собранном виде помещается в печь ЮТ-210-3 (рис. 2.4) для нагрева исследуемого материала до заданной температуры.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.4. Муфельная печь ЮТ-210-3 с помещенной в нее оснасткой |

На данной схеме подвергаемые центробежному воздействию заготовки детали из исследуемого материала имеют горизонтальную ось симметрии, вращаясь при этом вокруг вертикальной оси. Градиентные свойства формируются вдоль оси симметрии детали.

## 2.2. Физическое обоснование процесса переноса

Для сил, действующих на свободно плавающую частицу, можно записать следующее выражение:

, (4)

где ,  — центробежная сила,  — сила сопротивления,  — сила тяжести,  — сила Кориолиса,  — подъемная сила (Архимеда).

Для частиц, имеющих диаметр до 20 мкм, силой Кориолиса можно пренебречь, что показано в работе [7]. Сила тяжести по сравнению с центробежной силой мала. Таким образом, уравнение (4) можно преобразовать к виду:

. (5)

В случае ламинарного обтекания частицы жидкостью скорость относительного движения частицы описывается законом Стокса:

, (6)

где  - гравитационный коэффициент,  – кажущаяся вязкость, определяемая по формуле 3.

## 2.3. Определение теплофизических характеристик материала

Для исходного материала — фидстока Catamold FN08 — была измерена теплоемкость и методом дифференциальной сканирующей калориметрии определен температурный интервал плавления. В таблице 1 приведены значения теплоемкости материала. На рисунке 2.5 представлен ДСК-сигнал материала. Установлено, что материал имеет температурный интервал плавления 161-1640С. По рекомендации изготовителя фидстока (немецкая фирма BASF) в технологических операциях материал Catamold FN08 не следует перегревать выше 2000С.

Таблица 1

Значения удельной теплоемкости материала Catamold FN08 в интервале температур от 200С до 2000С

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Температура, °С | Теплоёмкость, Дж/(г.К) | Температура, °С | Теплоёмкость, Дж/(г.К) |
| 20 | 0,60 | 120 | 0,73 |
| 30 | 0,62 | 130 | 0,76 |
| 40 | 0,63 | 140 | 0,81 |
| 50 | 0,65 | 150 | - |
| 60 | 0,66 | 160 | - |
| 70 | 0,68 | 170 | 0,74 |
| 80 | 0,69 | 180 | 0,74 |
| 90 | 0,71 | 190 | 0,74 |
| 100 | 0,75 | 200 | 0,74 |
| 110 | 0,72 |  |  |

|  |
| --- |
|  |
| Рис 2.5. ДСК-сигнал образца материала Catamold FN08 в интервале температур от 20ºС до 200ºС |

## 2.4. Определение режима нагрева суспезируемых заготовок

Эксперимент по контролируемому нагреву оснастки и выбору режима нагрева проводился следующим образом. Оснастка с зафиксированной в ней термопарой К-типа (хром-никель / алюминий-никель) была помещена в печь ЮТ-210-3 с контроллером ЮТ-К530 (рис. 2.6). Нагрев печи проводился со скоростью 100С/мин, установленная максимальная температура нагревателей печи — 3500С. При помощи цифрового измерителя температуры были построена зависимость скорости нагрева оснастки и установлена длительность нахождения суспензии в твердожидком состоянии. Результаты эксперимента представлены на рис. 2.7.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.6. Муфельная печь ЮТ-210-3 с помещенной в нее оснасткой |

Данный анализ дал возможность выбрать режим, позволяющий нагреть оснастку вместе с фидстоком до температуры 190°С в печи.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.7 Результат эксперимента по нагреву оснастки |

В результате был вычислен коэффициент *k* = 0.017, используемый при вычислениях температуры оснастки по закону Ньютона-Рихмана. Расчетная зависимость близка к экспериментальной, что позволяет производить нагрев и охлаждение до требуемой температуры, пользуясь только расчетной зависимостью (рис 2.8).

Сборка оснастки. В формообразующую полость согласно приведенным ниже схемам помещаются части литников, извлеченных из литниково-питающей системы промышленной оснастки, используемой в России компанией «Лайк Стинк» при производстве деталей «Курок» и «Рычаг» (рис.2.9) из фидстока Catamold FN08. Литниковая система была заполнена при формировании «зеленой» детали PIM-методом и имеет то же объемное содержание порошка, что и деталь.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.8. Расчетная зависимость |

|  |
| --- |
|  |
| Рис.2.9. Спусковой крючок пистолета Макарова, изготовленный PIM-методом |

Порядок проведения эксперимента при задаваемой частоте вращения.

1. Оснастка в сборе была помещена в печь. Нагрев печи от 20°С до максимальной температуры 350°С. Скорость нагрева 10°С.
2. Выдержка в течение 10 минут.
3. Установка температуры печи на 190°С по прошествии 10 минут после выключения нагрева.
4. Через 30 минут печь была открыта, оснастка извлечена и установлена на стол центробежный машины.
5. После 15 минут работы центробежная машина была отключена, оснастка разобрана.
6. Извлечение образцов и изготовление шлифов полученного материала.

Для эксперимента были выбраны две частоты вращения: 3200 и 1600 об/мин, обеспечивающие перегрузки 802*g* и 200*g* соответственно. Во всех случаях наблюдался перенос расплавленного материала образцов. Конический образец принимал форму цилиндра, при этом его длина уменьшалась, в цилиндрическом образце границы между исходными элементами сливались и становились неразличимы под микроскопом. Также было обнаружено, что при более высокой частоте вращения часть материала вытекла в щели между элементами оснастки.

## 2.5. Определение соответствия течения исследуемой суспензии закону Стокса. Схема экспериментов

В данном эксперименте суспензия некоторое время находится под действием поля тяжести в частично заполненной форме. Центробежная сила прикладывается к материалу в процессе растекания суспензии в формообразующей полости. При этом если форма заполнена суспензией полностью, частицы с этого момента времени должны перемещаться относительно полимера. В противном случае перемещение частиц относительно полимера в начальный момент может отсутствовать.

Материал, используемый в эксперименте, имеет объемное содержание порошка, близкое к критическому, вследствие чего его можно рассматривать как пропитанный полимерным связующим каркас (рис 2.10). Поэтому сначала необходимо установить, как под действием центробежной силы происходит макроперенос твердожидкой среды и является ли течение расплавленного фидстока ламинарным. Для этого был поставлен следующий эксперимент.

В формообразующую полость по схемам, приведенным на рис. 2.11, были заложены в твердом состоянии цилиндрические и конические стержни из исследуемого материала, частично, но по-разному заполняющие объем прессформы и по-разному ориентированные относительно направления вектора центробежной силы. Собранная на платформе оснастка вместе с платформой помещена в печь и нагрета до температуры 1900С, после чего платформа перенесена и закреплена на столе центробежной машины. Образцы исследуемого материала были раскручены до частот вращения 3200 об./мин и 1600 об./мин, что соответствует перегрузкам 802*g* и 200*g*. Фотографии образцов до и после испытаний приведены на рис. 2.12 и рис. 2.13.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 2.10. Каркасная структура суспензируемого фидстока [15] |

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| а) схема 1 | б) схема 2 |
|  |  |
| в) схема 3 | г) схема 4 |
| Рис. 2.11. Схемы укладки образцов в прессформе | |

|  |
| --- |
|  |
| а) схема 1 б) схема 2 |
|  |
| в) схема 3 г) схема 4 |
| Рис 2.12. Частота вращения 3200 об/мин. Геометрия образцов до и после воздействия центробежной силы: вверху — до испытания, внизу — после испытания, хорошо видно затекание суспензии в зазор между полуформами |

|  |
| --- |
|  |
| а) схема 1 б) схема 2 |
|  |
| в) схема 3 г) схема 4 |
| Рис 2.13. Частота вращения 1600 об/мин. Геометрия образцов до и после воздействия центробежной силы: вверху — до испытания, внизу — после испытания, затекания суспензии в зазор между полуформами нет |

Можно видеть, что геометрия объектов, сформированных из стержней, уложенных по разным схемам, одинаково нагретых до твердожидкого состояния, и затем подвергнутых одинаковому воздействию центробежных сил, после эксперимента имеют принципиально одинаковый вид: суспензированный материал перенесен в формообразующей полости до упора вдоль направления вектора центробежной силы. Это позволяет сделать вывод о том, что макроскопическое течение материала соответствует закону Стокса. Можно предположить, что и в микроскопическом масштабе в первом приближении течение является ламинарным и близко к схеме, показанной на рисунке 1.4. Одновременно заметно и значительное различие во внешнем виде полученных изделий: способность суспензии заполнять полости формы заметно выше при частоте вращения 3200 об/мин, что выразилось в образовании значительного объема грата в плоскости разъема.

# 3. Математическая модель

Исходя из предположения о соответствии течения материала закону Стокса, была создана математическая модель, описывающая перераспределение свободно плавающих частиц в жидком матричном материале.

Как было сказано ранее, при воздействии центробежных сил должно происходить перемещение частиц к внешней или внутренней части изделия в зависимости от отношения плотностей полимера и наполнителя. Также имеется возможность оценить зависимость ширины зоны, где скопились частицы, от формы детали, начальной температуры, времени охлаждения, разности плотностей полимера и наполнителя, частоты вращения.

## 3.1. Предположения и допущения

Разработанная модель основана на следующих предположениях:

* частицы распределены в полимере равномерно;
* между полимером и частицами нет термического сопротивления;
* частицы имеют сферическую форму;
* большая объемная доля частиц увеличивает вязкость суспензии;
* модель является одномерной;
* возникающими при охлаждении воздушными промежутками в районе торца образца пренебрегаем;
* температура оснастки вычисляется по закону Ньютона-Рихмана с учетом экспериментальных данных;
* силами Кориолиса пренебрегаем;
* принято, что максимальная объемная доля частиц не может превышать 80%
* обтекание частиц жидкостью подчиняется закону Стокса, а их скорости описываются формулой (6).
* Действием силы тяжести пренебрегаем

Кажущаяся вязкость, зависящая от объемного содержания частиц, определяется по формуле (3).

Принято, что температура оснастки вычисляется с учетом закона Ньютона-Рихмана по следующей формуле:

, (7)

где  - экспериментально полученное значение,  — начальная температура оснастки,  — температура окружающей среды, которая является постоянной на протяжении всего процесса математического моделирования.

## 3.2. Решение

При решении математической модели все время расчета делится на конечные малые промежутки, в каждом из которых температура полимера и его вязкость неизменны. Кроме того, пренебрегаем изменением перегрузки, действующей на частицу при ее смещении за этот промежуток времени, из-за того, что смещение и промежуток времени достаточно малы.

Программа для решения математической модели была составлена в среде программирования MATLAB. Ее исходный текст приведен в Приложении 1.

## 3.3. Результат

Результаты математического моделирования приведены ниже.

При начальной объемной доле частиц 40%, вязкость полимера принята постоянной и равной 200 Па∙с, частота вращения 3200 об/мин, время моделирования 600 секунд, разбито на интервалы длительностью 0.1 секунды. Средний диаметр частиц 10 мкм, распределение диаметров соответствует нормальному, при этом среднеквадратичное отклонение равно 2 мкм.

При этом был получен следующий результат:

|  |
| --- |
| *Vf*  *Vf* |
| Рис. 3.2 Начальная зависимость объемного содержания  порошка от координаты *x* |

|  |
| --- |
| *x*,м  *x*,м |
| Рис. 3.3 Конечная зависимость объемного содержания  порошка от координаты *x* |

|  |
| --- |
| ,м  *N,* шт. |
| Рис.3.4 Гистограмма распределения диаметров частиц |

При увеличении начальной объемной доли частиц до 50% и неизменных остальных параметрах получены распределения, представленные на рис. 3.5 и рис. 3.6:

|  |
| --- |
| *Vf*  *x*,м |
| Рис. 3.5 Начальная зависимость объемного содержания  порошка от координаты *x* |

|  |
| --- |
| *Vf*  *x*,м |
| Рис. 3.6 Конечная зависимость объемного содержания  порошка от координаты *x* |

## 3.4. Анализ

Данная математическая модель предсказывает возникновение промежуточного слоя с градиентной структурой и наружного слоя с высоким объемным содержанием армирующего порошка. В данной модели сделано допущение, что форма заполнена полностью и частицы начинают двигаться относительно матрицы сразу, в результате чего может возникнуть неточность при моделировании переноса частиц в полости, заполненной частично.

# 4. Экспериментальное исследование микроструктуры отливок

Из отливки, изготовленной по режиму рис. 2.8 (схема 2, частота вращения 3200 об/мин) изготовлен шлиф и проведен анализ объемного содержания и распределения размеров частиц наполнителя до и после воздействия центробежных сил (компьютерный анализ изображений и измерения твердости выполнены А. Седых).

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.1. Изменение формы конического образца под воздействием центробежной силы |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.2. Грат (материал, вытекший в щели между элементами оснастки) |

Поскольку в состав фидстока входит мягкий полимер, значительная часть частиц во время изготовления шлифов может быть вырвана с поверхности, поэтому результат вычисления объемного наполнения нельзя считать корректным. Более точная информация может быть получена измерением твердости вдоль оси образца.

Изображения для анализа получены с помощью микроскопа «Neophot-21» и цифровой фотокамеры. Использовалось увеличение 25х12,5х4. Обработка изображений была проведена при помощи программного обеспечения Image Sequencer и Adobe Photoshop; а анализ и расчет – ImageExpert Pro 3.5, Ks-Lite v2.0 и Microsoft Excel. Учтенный разброс диаметров частиц в данном материале составил 1 – 20 мкм.

Изображения микроструктуры фидстока Catamold FN08 показаны на рис. 4.3 – 4.8 для разных областей. Можно видеть, что наполнение частицами равномерно по всей площади сечения образца. Для одной из областей был проведен анализ содержания частиц (рис. 4.3 и рис. 4.4). Оно составляет 13,57% (количество частиц для анализа 15738), что резко отличается от оптимального наполнения используемого фидстока.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.3. Исходная микроструктура материала |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.4. Изображения, подготовленные для анализа содержания частиц |

Ниже представлены изображения структуры трех областей: области с наибольшим кажущимся содержанием частиц (материал, дальше всего находившийся от центра вращения, рис. 4.5), области в середине образца (рис. 4.6) и области с наименьшим содержанием частиц (на наименьшем удалении от центра вращения, рис. 4.7). На рис. 4.8 показана структура фидстока, вытекшего в щели оснастки.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.5. Область с наибольшим кажущимся содержанием частиц |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.6. Область в середине образца |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.7. Область с наименьшим кажущимся содержанием частиц |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.8. Материал, вытекший в щели оснастки |

Результаты расчета при помощи программы ImageExpert Pro 3.5 по полученным изображениям представлены в таблице 2. В области с наибольним содержанием частиц оно составило 20,78% (количество частиц для анализа 2555). Распределение частиц по диаметрам показано на рис 4.9. Таким образом, в результате центробежного воздействия количество частиц по сравнению с исходным состоянием материала увеличилось в 1,5 раза. Измеренное объемное содержание частиц в грате составило 27,87%.

Таблица 2

Результат расчетов объемного содержания порошка

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Область | Количество частиц для анализа | Процент частиц по площади анализа |
| Область с наибольшим кажущимся количеством частиц | 2555 | 20,78 |
| Область в середине образца | 1408 | 11,94 |
| Область с наименьшим кажущимся количеством частиц | 1419 | 10,30 |
| Вытекший в щели фидсток (грат) | 3114 | 27,87 |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.9. Распределение частиц по диаметрам |

Принципиально отличный результат получен при проведении анализа микротвердости образцов в исходном состоянии и после воздействия центробежной силы.

Результаты анализа твердости показаны на рис. 4.10. Среднее значение твердости 25,25 HV, прочности 80,93 МПа.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 25,1 | 26,3 | 25,5 | 24,9 | 24,9 | 24,8 |
|  | | |  | | |
| а) | | | б) | | |
| Рис. 4.10 Значения твердости в исходном состоянии  а) в поперечном сечении  б) в продольном сечении | | | | | |

Значения твердости и прочности на растяжение для цилиндрического и конического литников после воздействия центробежной силы приведены в табл. 3 и 4. На рис. 4.11 и 4.12 показана зависимость прочности на растяжение от координаты *x* образца. Аппроксимация зависимостей прочности на растяжение показана в табл. 5.

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.11. Зависимость прочности на растяжение (твердости) от координаты *x* для цилиндрического образца. Красной линией показано исходное значение прочности (твердости) |

|  |
| --- |
|  |
| Рис. 4.12. Зависимость прочности на растяжение (твердости) от координаты *x* для конического образца. Красной линией показано исходное значение прочности (твердости) |

В случае цилиндрического образца при вращении оснастки форма заполнена материалом полностью, поэтому частицы движутся относительно неподвижного полимера. В случае конического образца в начальный момент времени форма заполнена частично, поэтому частицы некоторое время движутся вместе с полимером. В связи с различием протекающих процессов зависимости прочности на растяжение от координаты цилиндрического и конического образцов несколько отличаются.

Для фидстока, вытекшего в щель оснастки, твердость составила 23,95 HV, прочность 76,76 МПа, что чуть меньше твердости фидстока в исходном состоянии.

Таблица 3

Твердость и прочность в различных точках цилиндрического образца

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Коорд. *х*, мм | Твердость HV | Коорд. *х*, мм | Твердость HV |
| 105 | 20,5 | 83 | 27,3 |
| 104 | 18,1 | 82 | 23,6 |
| 103 | 21,2 | 81 | 33,2 |
| 102 | 18,6 | 80 | 27,3 |
| 101 | 23 | 79 | 28,3 |
| 100 | 20 | 78 | 23,6 |
| 99 | 21,7 | 77 | 31,1 |
| 98 | 22,9 | 76 | 34,4 |
| 97 | 18,1 | 75 | 30,1 |
| 96 | 17,8 | 74 | 27,3 |
| 95 | 14,2 | 73 | 27,2 |
| 94 | 19,9 | 72 | 27,1 |
| 93 | 22,9 | 71 | 31,1 |
| 92 | 15,2 | 70 | 26 |
| 91 | 22,3 | 69 | 32,9 |
| 90 | 23,6 | 68 | 37 |
| 89 | 25 | 67 | 31,1 |
| 88 | 22,3 | 66 | 38,9 |
| 87 | 30 | 65 | 34,1 |
| 86 | 19,6 | 64 | 29,2 |
| 85 | 24,2 | 63 | 31 |
| 84 | 23,6 | 62 | 30,9 |

Таблица 4

Твердость и прочность в различных точках конического образца

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Коорд. *х*, мм | Твердость HV | Коорд. *х*, мм | Твердость HV |
| 105 | 10,5 | 87 | 22,4 |
| 103,5 | 13,9 | 85,5 | 23,6 |
| 102 | 13,5 | 84 | 21 |
| 100,5 | 13,7 | 82,5 | 23,1 |
| 99 | 13,6 | 81 | 22,8 |
| 97,5 | 17,6 | 79,5 | 25,7 |
| 96 | 18 | 78 | 21,1 |
| 94,5 | 16 | 76,5 | 23 |
| 93 | 20,5 | 76 | 22,3 |
| 91,5 | 21,2 | 73,5 | 22,3 |
| 90 | 22,3 | 72 | 22,9 |
| 88,5 | 24,2 |  |  |

Таблица 5

Аппроксимация зависимости прочности на растяжение от координаты

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | Линейная функция | Полиномиальная аппроксимация |
| Цилиндрический образец |  |  |
| Конический образец |  |  |

Анализ твердости дал следующие результаты: для цилиндрического закладного элемента после воздействия центробежной силы твердость отливки монотонно снижается с увеличением координаты *x*; для конического закладного элемента эта зависимость несколько видоизменена. Таким образом установлено, что надо расширить экспериментальные исследования по изучению воздействия центробежной силы на суспензии с каркасной структурой наполнителя для формирования новой математической модели процесса.

# Заключение

В рамках данной квалификационной работы была разработана математическая модель, показывающая перераспределение частиц порошка а полимере, сконструирована оснастка, пригодная для работы с исследуемым материалом, определен режим нагрева материала образцов.

Были проведены эксперименты, результат которых показал, что воздействие центробежной силы на фидсток не уступает воздействию давления поршня, в определенном диапазоне частот вращения обеспечивает надежное заполнение формообразующей полости и приводит к перераспределению частиц в объеме формируемой отливки, что в дальнейшем может позволить увеличить плотность и прочность деталей, производимых PIM-методом.

Экспериментально было установлено отклонение закономерностей переноса частиц наполнителя от закона Стокса при воздействии на суспензию центробежной силы: в суспензии с предельно высоким объемным наполнением частицами, сформировавшими каркасную структуру, минимум твердости (следовательно, и минимум наполнения) наблюдается в области, наиболее удаленной от центра вращения, а максимум располагается ближе к центру вращения. Данный эффект требует более глубокого изучения.

По выполненной части исследования сделан доклад на конференции «Студенческая научная весна 2012». По тематике данной работы в соавторстве опубликованы тезисы статьи «Повышение качества деталей, изготовленных PIM-методом, за счет воздействия центробежных сил» в сборнике материалов III Всероссийской молодежной конференции с элементами научной школы «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Москва, 29 мая – 1 июня 2012 г. 519 – 520 с.

# Список использованной литературы

1. Специальные виды литья // Степанов Ю.А. и др. / М., «Машиностроение» 1970 — 224 с.
2. Mould filling simulations during powder injection moulding / V.V. Bilovol. Дисс. PhD, 2003 – 142 с.
3. Изготовление высокоармированного алюмоматричного композиционного материала // Калашников И.Е., Болотова Л.К., Кобелева Л.И. и др. / Физика и химия обработки материалов 2009, № 6, с. 48 – 54.
4. J. Vlachopoulos and D. Strutt. Overview Polymer Processing // Materials Science and Technology. September 2003. Vol. 19. pp. 1161 – 1169.
5. Berenika Hausnerova. Rheological characterization of powder injection molding compounds, Polymery 1 (2010) 1 – 9.
6. Mathematical modeling of particle segregation during centrifugal casting of metal matrix composites // E. Panda, D. Mazumdar, S.P. Mehrotra / Metallurgical and Materials Transactions A Volume 37, Number 5 (2006), 1675-1687
7. S. Richardson. The Die Swell Phenomenon // Rheologica Acta, Band 9, Heff 2 (1970), pp. 193-199.
8. Сайт : (wikipedia.org)
9. Б.И. Семенов, К.М. Куштаров. Производство изделий из металла в твердожидком состоянии. Новые промышленные технологии: учеб. пособие – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2010. – 223 с.
10. Сайт: (www.basf.com)
11. Сайт: (www.battenfeld-imt.com)
12. Delphine Auzene. Investigations into water soluble binder systems for Powder Injection Moulding // Powder Injection Moulding International. – 2009 – Vol. 5 № 1 – p. 54 – 57.
13. С.В. Поршнев. MATLAB 7. Основы работы и программирования. Учебник – М.: ООО “Бином-Пресс”, 2001. - 320 с.:ил.
14. Yoshimi Watanabe, Hisashi Sato. Review Fabrication of Functionally Graded Materials under a Centrifugal Force, Materials 2/4 (2009) 133 – 150.
15. H. Abolhasani, N. Muhamad. A new starch-based binder for metal injection molding // Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) – pp. 961 – 968.
16. Numerical simulation of macrostructure formation in centrifugal casting of particle reinforced metal matrix composites. Part 1: model description // L. Drenchev, J. Sobchzak, S. Malinov et al. / Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 11 (2003) 635 – 649.
17. Mathematical modeling of centrifugal casting of metal matrix composites // P. Samba Siva Raju, S.P. Mehrotra / Materials Transactions, JIM, Vol. 41 1626-1635
18. Pouring mould during centrifugal casting process // R. Zagórski, J. Sleziona / Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 28, Issue 7 441-444
19. Microstructural characteristics and properties in centrifugal casting of SiCp/Zl104 composite // Wang Kai, Xue Han-song, Zou Mao-hua, Liu Chang-ming / Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 19(2009) 1410-1415
20. Гусев С.С., Лобков Д.Н., Казачков С.С. Использование методов центробежного литья для получения изделий из композиционных материалов с упрочненной поверхностью. Материаловедение, 1999, №5, с.50-53.
21. Курганова Ю.А. Разработка и применение дисперсно упрочненных алюмоматричных композиционных материалов в машиностроении. Автореферат дисс. доктора технич. наук. – М., 2008 – 48 с.

# Приложение 1

function [coord, diam] = rand\_init(rmin, rmax, Vf, d\_m, s)

clear sum i coord diam

sum = 0;

i = 0;

while 1

c = randi([rmin \* 1000, rmax \* 1000]) / 1000 + randi([rmin \* 1000, rmax \* 1000]) / 1000000 + randi([rmin \* 1000, rmax \* 1000]) / 1000000000;

% c = randint(1, 1, [rmin \* 1000, rmax \* 1000]) / 1000 + randint(1, 1, [rmin \* 1000, rmax \* 1000]) / 1000000;

d = normrnd(d\_m, s);

if d <= 0

continue;

end

i = i + 1;

d\_eq = d^3 / d\_m^2 \* 2 / 3;

if ((sum + d\_eq) / (rmax - rmin)) > Vf

if abs((sum + d\_eq) / (rmax - rmin) - Vf) < abs((sum) / (rmax - rmin) - Vf)

coord(i) = c;

diam(i) = d;

end

return;

end

sum = sum + d\_eq;

coord(i) = c;

diam(i) = d;

end

end

function viscosity = visc(T, Vf)

[t, v] = load\_visc;

i = 1;

if T <= t(1)

viscosity = v(1);

elseif T >= t(length(t))

viscosity = v(length(t));

else

while t(i) < T

i = i + 1;

end

viscosity = v(i - 1) + (v(i) - v(i - 1)) / (t(i) - t(i - 1)) \* (T - t(i - 1));

end

viscosity = viscosity \* (1 + 2.5 \* Vf + 10.05 \* Vf^2);

end

function epsil = epsilon (d\_m)

epsil = 150 \* d\_m;

end

function vf = V\_f (coord, size\_eq, r, e, rmin, rmax)

if r + e >= rmax

R\_max = rmax;

e = e \* 1.5;

else

R\_max = r + e;

end

if r - e <= rmin

R\_min = rmin;

e = e \* 1.5;

if r + e >= rmax

R\_max = rmax;

else

R\_max = r + e;

end

else

R\_min = r - e;

end

clear vol;

vol = 0;

for i = 1:1:length(coord)

if ((coord(i) >= r - e) && (coord(i) <= r + e))

vol = vol + size\_eq(i);

end

end

vf = vol / (R\_max - R\_min);

end

function T = temp(T0, T\_ext, N\_iter, dt)

T = zeros(1,N\_iter);

for i = 1:1:N\_iter

T(i) = T0;

end

end

function [coord\_start, coord\_end, diam] = core(time, dt, omega, r\_min, r\_max, Vf, d\_m, sigma, rho\_p, rho\_l, T0)

V\_fmax = 0.78;

V\_fmaxerr = 0.80;

e = epsilon(d\_m);

[coord, diam] = rand\_init(r\_min, r\_max, Vf, d\_m, sigma);

coord\_start = coord;

for i = 1:1:length(diam)

size\_eq(i) = (diam(i))^3 / d\_m^2 \* 2 / 3;

end

coord = coord \* 1000000;

r\_min = r\_min \* 1000000;

r\_max = r\_max \* 1000000;

e = e \* 1100000;

size\_eq = size\_eq \* 1000000;

N\_iter = time / dt;

T = temp(T0, 0, N\_iter, 0);

if (N\_iter == 0) || (rho\_l ==rho\_p)

fprintf('N\_iter = 0 or rho\_l = rho\_p\n');

error('');

end

for i = 1:1:length(diam)

if V\_f(coord, size\_eq, coord(i), e, r\_min, r\_max) > V\_fmaxerr

fprintf('Error.\nInit : Vf > Vf\_maxerr\n')

coord(i)

error('Init : Vf > Vf\_max')

end

end

for i=1:1:N\_iter

fprintf('Iteration %d / %d\n', i, N\_iter)

coord\_old = coord;

for j=1:1:length(diam)

if V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e, r\_min, r\_max) > V\_fmaxerr

coord(j) = randi([r\_min, r\_max]);

end

if V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e, r\_min, r\_max) <= V\_fmax

dr = (rho\_p - rho\_l) \* diam(j)^2 \* omega^2 \* coord(j) / 18 / visc(T(i), V\_f(coord, size\_eq, coord\_old(j), e, r\_min, r\_max)) \* dt;

if (dr > r\_max - coord(j)) && (rho\_p > rho\_l);

dr = r\_max - coord(j);

end

if (abs(dr) > coord(j) - r\_min) && (rho\_p < rho\_l)

dr = r\_min - coord(j);

end

coord(j) = coord\_old(j) + dr;

if (V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e, r\_min, r\_max) > V\_fmax) && (V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e \* 1.1, r\_min, r\_max) > V\_fmax) && (V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e \* 0.9, r\_min, r\_max) > V\_fmax)

coord(j) = coord\_old(j);

end

end

if V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e, r\_min, r\_max)> V\_fmax

coord(j) = randi([r\_min, r\_max]);

end

if V\_f(coord, size\_eq, coord(j), e, r\_min, r\_max) > V\_fmaxerr

end

end

end

coord\_end = coord / 1000000;

end