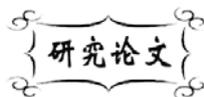


中图分类号: TB332  
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2016) 01-0054-08  
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2016.01.007



## 反应烧结碳化硅陶瓷注射成型工艺研究

张 钊<sup>1,2</sup>, 张玉军<sup>1,2</sup>, 龚红宇<sup>1,2</sup>, 李文杰<sup>3</sup>, 翟彦霞<sup>3</sup>

<sup>1</sup> 山东大学 材料液固结构演变与加工教育部重点实验室, 济南 250061

<sup>2</sup> 山东大学 特种功能聚集体材料教育部重点实验室, 济南 250061

<sup>3</sup> 山东宝纳新材料有限公司, 山东 莱芜 271132

**摘 要:** 以碳化硅 (SiC) 和炭黑 (C) 为原料, 以石蜡 (PW)、高密度聚乙烯 (HDPE)、乙烯醋酸乙烯酯 (EVA) 为有机载体, 以硬脂酸 (SA) 为表面改性剂, 研究了反应烧结碳化硅陶瓷注射成型工艺对产品性能的影响。结果表明: 在陶瓷粉体含量为 80 wt%, 有机载体以 PW: HDPE: EVA: SA = 9:3:3:1 的比例, 加入量为 20 wt%, 混炼 1 h 后, 在 100 MPa 注射压力注射成坯, 采用两步法脱脂, 于真空烧结炉内 1720°C 下保温 2 h 烧结, 可获得结构致密的碳化硅陶瓷试样, 其显气孔率为 0.18%, 密度为 2.96 g/cm<sup>3</sup>, 抗弯强度达到 290 MPa, 断裂韧性值达到 4.14 MPa·m<sup>1/2</sup>, 硬度达到 21.6 GPa。

**关键词:** 反应烧结碳化硅; 粘结剂; 注射成型; 脱脂

反应烧结碳化硅具有高热导率、低热膨胀系数、高硬度、耐磨损、耐腐蚀、抗氧化等优点, 且成本远低于热压和无压烧结碳化硅, 被广泛用于生产机械密封件、高温阀件、热交换器、辐射管等, 是一种很有应用前景的工程陶瓷材料<sup>[1]</sup>。随着零部件产业逐渐朝着精密化、功能化、微型化、形状复杂化及自动化方向发展, 传统陶瓷成型技术的局限性逐渐显示出来。比如, 压制成型<sup>[2]</sup>由于只能轴向加压, 产品形状受到很大限制且均匀性差; 注浆成型<sup>[3]</sup>的坯体强度低、变形大, 不利于机械自动化生产; 凝胶注模成型<sup>[4]</sup>坯体存在明显的梯度分布及偏析现象, 产品收缩较大, 很大程度上限制了其应用发展。

陶瓷注射成型作为一种新的成型工艺, 将高分子注塑成型技术与陶瓷制备工艺相结合, 通过有机体系与陶瓷粉体混炼均化工艺、高压快速注射成型工艺、脱脂排出有机成分工艺及烧结致密化工艺, 从而制得一定形状的陶瓷产品。该方法的主要优点在于成型坯体密度均匀, 强度高, 产品质量

收稿日期: 2016-01-14

收到修改稿日期: 2016-02-05

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51472146)。

第一作者: 张 钊 (1992 -), 男, 山东菏泽人, 硕士。E-mail: 18353161506@163.com。

通讯作者: 张玉军 (1956 -), 男, 山东莱芜人, 博士, 教授。E-mail: yujunzhangcn@sdu.edu.cn。

一致性好, 自动化程度高, 可以近净尺寸成型各种复杂形状的陶瓷零部件, 适于大规模生产<sup>[5-7]</sup>。

关于陶瓷材料的注射成型工艺已有许多报道<sup>[8-12]</sup>。Tseng 等<sup>[11]</sup>研究了氧化锆陶瓷注射成型工艺中表面活性剂的作用, 认为硬脂酸的最佳添加量为陶瓷粉体的 3 wt%。Thomas 等<sup>[12]</sup>在研究氧化铝陶瓷的注射成型工艺时, 采用高密度聚乙烯、石蜡和硬脂酸为有机载体, 通过溶剂脱脂和热脱脂的两步脱脂法, 烧结样品的相对密度可达 99%。赵霞等<sup>[13]</sup>着重研究了无压烧结碳化硅陶瓷注射成型工艺中如何利用挤压成型工艺将原料混炼均匀的问题。但到目前为止, 关于反应烧结碳化硅陶瓷注射成型工艺的研究鲜有报导。

碳化硅的反应烧结是通过浸渗的熔融硅与坯体内的碳反应, 将坯体中的碳化硅颗粒结合起来, 从而实现致密化烧结。相比于无压烧结和热压烧结, 反应烧结具有烧结温度低、产品气孔率低及烧结前后尺寸变化小等优势, 将其与陶瓷注射成型技术结合, 可望大大拓展碳化硅陶瓷的应用范围。为此, 本文从喂料组成、粘结剂、混炼及脱脂制度等方面对反应烧结碳化硅注射成型工艺进行了研究。

## 1 实 验

### 1.1 实验原料

本研究所采用的原料包括碳化硅微粉、炭黑以及有机载体。其中, 碳化硅微粉由  $D_{50}$  分别为 3  $\mu\text{m}$  和 40  $\mu\text{m}$  的两种碳化硅粉体按 2:1 的比例均匀混合而得到; 炭黑的  $D_{50}$  为 1  $\mu\text{m}$ ; 有机载体为多组元蜡基体系, 其中石蜡 (PW) 为增塑剂, 乙烯醋酸乙烯共聚物 (EVA) 和高密度聚乙烯 (HDPE) 为粘结剂, 硬脂酸 (SA) 为表面活性剂。表 1 列出了这些有机组分的一些物理性质。

表 1 实验用有机化合物的物理性质

Table 1 Physical properties of the organic compounds used in the present study

Organic	Chemical formula	Density / $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	Solubility parameter / $(\text{J}\cdot\text{cm}^{-3})^{1/2}$	Melt temperature / $^{\circ}\text{C}$
EVA	$(\text{C}_2\text{H}_4)_x(\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2)_y$	0.95	8.56	95 ~ 110
HDPE	$-\text{[CH}_2\text{CH}_2\text{]}_n-$	0.95	7.99	130 ~ 140
PW	$\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$	0.90	7.80	57 ~ 60
SA	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	0.96	7.87	60 ~ 66

### 1.2 实验过程

首先将一定比例的碳化硅、炭黑和硬脂酸 (参见下文表 2) 加入到无水乙醇中, 以碳化硅球为研磨介质, 在尼龙球磨罐中球磨 10 h; 待浆料干燥后进行研磨、筛分。此过程旨在对陶瓷粉体进行改性处理。在改性后的陶瓷粉体加入有机添加剂并搅拌均匀后, 在双螺杆挤出机内于 140 $^{\circ}\text{C}$  混炼 60 min, 冷却固化、切割造粒, 制备长度为 2 mm ~ 3 mm, 直径约为 1 mm 的喂料颗粒。将喂料加入 DRV4-55T 型注塑成型机内, 在注射压力 100 MPa、注射温度 165 $^{\circ}\text{C}$  ~ 180 $^{\circ}\text{C}$  的条件下注射成型。

脱脂过程采用两步脱脂法。第一步为溶剂脱脂: 将注射成型后的坯体置于正庚烷溶剂中于 40 $^{\circ}\text{C}$  浸泡 6 h, 然后于 50 $^{\circ}\text{C}$  浸泡 4 h; 第二步为热脱脂: 将溶剂脱脂后的坯体干燥处理, 移入管式炉内在  $\text{N}_2$  气氛中进行热脱脂, 最高脱脂温度为 450 $^{\circ}\text{C}$ 。

脱脂后处理, 将坯体置于真空烧结炉内在 1660 $^{\circ}\text{C}$  ~ 1750 $^{\circ}\text{C}$  下烧结 2 h。

### 1.3 测试方法

采用德国 Bruker 光谱仪器公司的 TENSOR37 型红外光谱仪测定硬脂酸处理前后粉体的有机基团变化; 采用德国 Netzsch 公司的 DSC404 型差式扫描热分析仪测试成型坯体及粘结剂组分的热重曲线。

生坯及烧结体密度和烧结体显气孔率采用阿基米德排水法测试。烧结体的弯曲强度和断裂韧性分别采用三点弯曲法和单边切口梁 (SENB) 法在深圳新三思公司的 CMT5105 型万能试验机上测定, 试样尺寸分别为  $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 36\text{ mm}$  和  $2\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 36\text{ mm}$ 。抛光样品的硬度采用上海测维光电技术有限公司的 DHV-1000 型显微硬度计测试, 实验载荷为 1 Kg, 加载时间为 15 s。

试样的显微结构采用日本电子株式会社的 JSM-6308LA 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 原料配方的确定

图 1 为硬脂酸处理前后粉体的红外光谱图。其中, (a) 为 SiC 初始粉体, (b) 为经乙醇处理后的 SiC 粉体, (c) 为加入 1.5 wt% SA 改性后的 SiC 粉体, (d) 为经 1.5 wt% SA 改性后再经乙醇溶液超声处理后的 SiC 粉体, (e) 为 SA。

图 1 (a) 中  $835\text{ cm}^{-1}$  处的吸收峰为碳化硅的特殊吸收峰,  $3433\text{ cm}^{-1}$ 、 $1634\text{ cm}^{-1}$  处分别对应分子间内羟基 ( $-\text{OH}$ ) 振动峰和面内弯曲振动峰。碳化硅粉体经乙醇处理后光谱无明显变化 [图 1 (b)], 而经 SA 处理后,  $3433\text{ cm}^{-1}$  处的羟基峰基本消失,  $1634\text{ cm}^{-1}$  处的羟基峰有所减弱, 且出现了  $1594\text{ cm}^{-1}$  处的羰基 ( $-\text{C}=\text{O}$ ) 峰 [图 1 (c)]。对比 SA 的谱图 [图 1 (e)],  $1704\text{ cm}^{-1}$  处羰基振动峰的位置发生了变化, 这可能是由于硬脂酸中的羧基基团与碳化硅表面的羟基发生了如下的酯化反应:



将改性后的粉体在乙醇中超声分散、抽滤、干燥后得到的红外光谱如图 1 (d) 所示, 与图 1 (c) 相比无明显变化, 仍存在  $1594\text{ cm}^{-1}$  处的羰基峰。这说明硬脂酸通过化学键合的方式包覆在了碳化硅粉体表面, 而不是简单的物理吸附作用。此外, 硬脂酸中包含的  $-\text{OH}$  ( $1467\text{ cm}^{-1}$ )、 $-\text{C}=\text{O}$  ( $937\text{ cm}^{-1}$ ) 等官能团也会改善粉体与粘结剂之间的相容性。

表 2 列出了不同碳化硅含量以及不同有机物配比下的坯体密度以及在  $1720^\circ\text{C}$  下保温 2 h 烧结所得到的烧结体的密度。比较试样 SC1 ~ SC5 样品的密度可知, 随陶瓷粉体含量增加, 生坯密度提高, 但增加趋势逐渐减缓。其可能原因在于 SiC 的密度 ( $3.21\text{ g/cm}^3$ ) 相对于有机物的密度 (约为  $0.91\text{ g/cm}^3$ ) 较高。随 SiC 含量继续增加, 喂料的流动性变差, 易出现未充满等缺陷, 坯体密度增加趋势

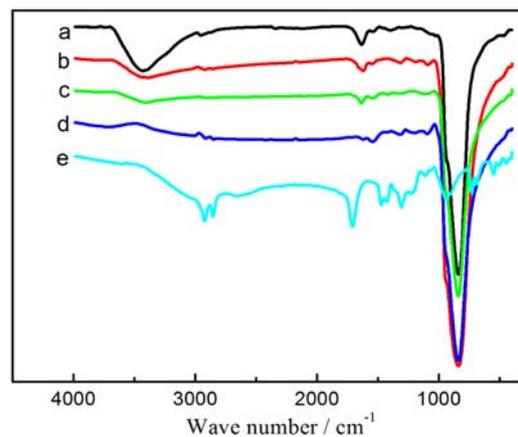


图 1 经不同方式处理后的 SiC 粉体及硬脂酸的红外光谱图: (a) SiC 初始粉体; (b) 经乙醇处理后的 SiC 粉体; (c) 经 SA 改性处理后的 SiC 粉体; (d) 经 SA 改性处理后再经抽滤处理的 SiC 粉体; (e) SA

Figure 1 FTIR spectra of SiC powders and stearic acid (SA): (a) original SiC powder; (b) SiC powder treated with alcohol; (c) SiC powder modified with SA; (d) SiC powder modified with SA and then extracted by alcohol; (e) SA

减缓。另外, 随陶瓷粉体含量提高, 烧结体密度在 75 wt% 时达到最大值, 随后下降, 这是由于较高的陶瓷粉体含量导致喂料流动性差, 坯体内易产生孔洞等缺陷。

比较 SC4 及 SC6、SC7、SC8 样品的密度可知, 随 PW 在有机载体中的含量由 44 wt% 增加至 62 wt%, 生坯密度逐渐提高。其可能原因是, 随 PW 含量的增加, 喂料的流动性提高, 坯体内 SiC 颗粒间接触面增加。然而当 PW 含量为 62 wt% 的烧结体密度稍有降低, 烧结体密度在 PW 含量为 56 wt% 时达到最大值。这可能因为随 PW 含量的增加, 作为主要碳源及骨架作用的 HDPE 及 EVA 含量减少, 从而导致产生的具有反应活性的 C 含量降低。

通过比较, 可以确定 SC4 为较佳实验配方。

## 2.2 注射成型工艺

在进行注射成型之前, 应先将喂料中的陶瓷粉体与有机成分均匀混合, 即进行混炼。在混炼过程中, 随混炼时间增长, 含有较多有机成分的聚集团块逐渐被剪切撕裂变小, 有机组分与碳化硅混合更加均匀, 从而提高喂料的填充度。但是, 当喂料基本均匀分散后继续进行混炼, 持续的摩擦作用则会使物料局部产生较高温度而导致部分有机物分解。

本研究以 SC4 为实验配方, 混炼过程在双螺杆挤出机内于 140°C 下进行。在混炼过程中, 每隔 15 min 随机抽取几组试样进行密度测试, 结果列于表 3。表中的  $X_1, X_2, \dots$  为各试样的实测密度,  $X_{ave}$  和  $S^2$  分别为密度的平均值及均方差。从表中数据可知, 当混炼次数从 1 次逐渐提高到 4 次时, 喂料的密度和均匀性均逐渐提高; 而当混炼次数增至 5 次时, 喂料的密度和均匀性开始降低。由此可以初步确定最佳的混炼时间为 60 min。

表 2 不同组成下试样的生坯及烧结体密度

Table 2 Densities of green samples and sintered samples with different compositions

Code	SiC /%	C /%	Organic system /%	Compositions of organic system				$T$ /°C	Green density /g·cm <sup>-3</sup>	Sintered density /g·cm <sup>-3</sup>
				PW /%	PE /%	EVA /%	SA /%			
SC1	60	5	35	56	18	18	6	165	1.77	2.54
SC2	65	5	30	56	18	18	6	168	1.83	2.68
SC3	70	5	25	56	18	18	6	170	1.93	2.88
SC4	75	5	20	56	18	18	6	175	1.95	2.96
SC5	80	5	15	56	18	18	6	180	1.95	2.92
SC6	75	5	20	44	25	25	6	179	1.90	2.89
SC7	75	5	20	50	22	22	6	177	1.93	2.93
SC8	75	5	20	62	16	16	6	173	1.96	2.94

表 3 混炼次数对喂料密度及均匀性的影响 (单位: g·cm<sup>-3</sup>)

Table 3 Influence of mixing time on the density and homogeneity of the feedstock (Unit: g·cm<sup>-3</sup>)

Mixing times	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	$X_6$	$X_7$	$X_8$	$X_{ave}$	$S^2$
1	2.033	2.066	2.028	2.033	1.932	2.067	1.761	1.444	1.921	0.218
2	2.080	1.96	1.951	1.944	1.957	1.96	1.955	1.948	1.969	0.045
3	2.013	2.013	2.011	2.012	2.013	2.053	2.014	2.012	2.018	0.014
4	2.068	2.066	2.065	2.059	2.064	2.063	2.059	2.068	2.064	0.004
5	2.033	2.030	2.026	2.031	2.033	2.057	2.028	2.030	2.033	0.009

表 4 注射条件对 SC4 坯体形貌的影响

Table 4 Influence of injection parameters on the feature of SC4 green body

Injection temperature / °C	Injection pressure / MPa	Injection speed / cm·s <sup>-1</sup>	Green density / g·cm <sup>-3</sup>	Surface condition	Fracture condition
160	100	5	1.92	lack edges	voids
180	100	5	1.95	inclusions	void-free
175	100	5	1.95	perfect	void-free
175	80	5	1.93	lack edges	void
175	120	5	1.95	rough edges	void-free
175	100	3	1.95	lack edges	void
175	100	8	1.95	rough edges	void-free

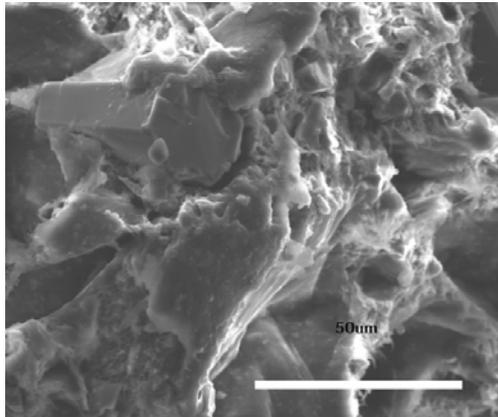


图 2 SC4 成型坯体的断面扫描电镜照片

Figure 2 SEM micrograph showing the fracture surface of SC4 green body

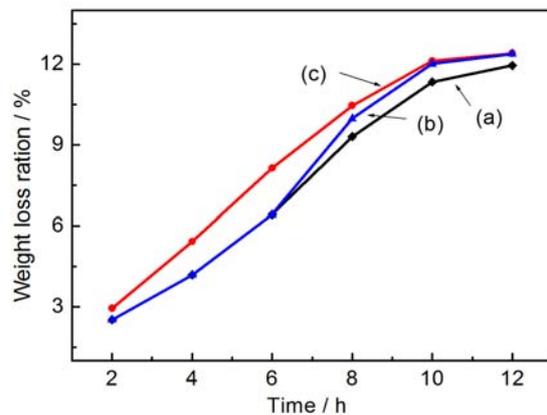


图 3 溶剂脱脂时间及温度对样品失重率的影响

Figure 4 Effect of time and temperature of solvent debinding on the weight loss rate of the sample: (a) 40°C, (b) 50°C, (c) 40°C (0 h ~ 6 h) + 50°C (6 h ~ 12 h)

表 4 总结了不同注射条件对 SC4 坯体形貌的影响情况。一般说来, 注射温度过高、注射压力过大或注射速度过快时, 试样会产生毛边等缺陷; 而注射温度较低、注射压力较小或注射速度过慢, 则会产生缺角、夹杂物等缺陷。结合对坯体表面及断面形貌进行的观察, 可以确定最佳的注射成型条件为: 注射温度 175°C, 注射压力 100 MPa, 注射速度为 5 cm/s。

图 2 为 SC4 成型坯体的断面扫描电镜照片。可以看出, 注射成型制备的坯体内部较为致密, 碳化硅颗粒被有机成分完全包覆, 几乎无明显孔洞。

### 2.3 脱脂工艺

本研究采用溶剂脱脂和热脱脂相结合的两步脱脂工艺。溶剂脱脂工艺根据相似性溶原理选择正庚烷为溶剂, 主要目的是脱除坯体内的低分子有机成分 PW 和 SA; 热脱脂工艺则依据热重曲线, 制定加热制度, 脱出坯体内高分子有机成分 EVA 和 HDPE。

图 3 为不同温度下测得的 SC4 坯体失重率与溶剂脱脂时间之间的关系。由图 3 可知, 随脱脂时间延长, 脱脂速率减缓。其主要原因是随着 PW 和 SA 的溶解, 溶剂萃取能力逐渐减弱。而随脱脂温度的提高, 分子运动加剧, 脱脂速率增大, 但脱脂初期过高的温度会使 PW 和 SA 的溶胀速率过快而引起鼓泡、开裂等缺陷。实验发现, 在 40°C 下 [图 3 (a)] 脱脂 12 h 后, 试样失重率仍不足 12%; 在 50°C 下 [图 3 (b)] 脱脂 9 h 后, 试样失重率已接近 12%, 但坯体表面出现了少许裂纹; 而将样品

先于 40°C 下脱脂 6 h, 后于 50°C 下脱脂 4 h [图 3 (c)], 样品失重率超过 12%, 而且溶剂脱脂后坯体完好。图 4 为 SC4 坯体经过溶剂脱脂后的断面扫描图, 可以看出, 经过溶剂脱脂后, 部分有机成分脱除, 坯体内部出现部分孔洞。

图 5 为 SC4 成型坯体的热重曲线。可以看出, 坯体的主要失重区间为 180°C ~ 250°C 和 380°C ~ 440°C。其中, 失重区间 180°C ~ 250°C 主要为低分子有机物 PW、SA 及少量高分子有机物的热分解过程, 失重区间 380°C ~ 440°C 主要为高分子有机物 HDPE、EVA 的热分解过程。对溶剂脱脂前后的坯体分别制定相应的热脱脂制度进行热脱脂。图 6 (a) 和图 6 (b) 分别为溶剂脱脂前后的坯体失重率与脱脂温度的关系, 通过对比可知, 溶剂脱脂后的坯体在室温 ~ 200°C 阶段几乎无明显失重 [图 6 (b)], 这是因为经过溶剂脱脂, 大部分低分子有机成分已排除, 因此这一阶段可以提高升温速率。实验发现, 经过溶剂脱脂后坯体的热脱脂时间为 33 h, 而未经过溶剂脱脂的坯体的热脱脂则需要 51 h。由此可知, 先期的溶剂脱脂处理可大大缩短总的脱脂周期, 减少热脱脂时的能源浪费。

图 7 为 SC4 坯体经过热脱脂后的断面扫描电镜照片。可以看出, 热脱脂后坯体内大部分有机成分被脱除, 坯体内部形成了部分连续的孔道。

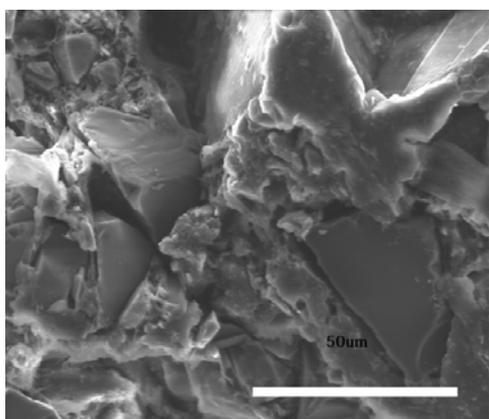


图 4 SC4 坯体经溶剂脱脂后的断面形貌

Figure 4 Microstructure of the fracture surface of SC4 green body after solvent debinding

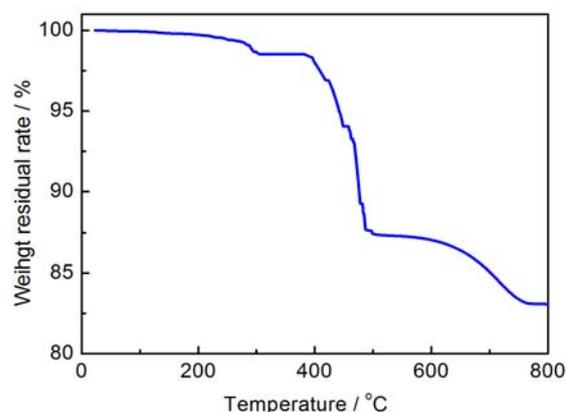


图 5 SC4 坯体的热重曲线

Figure 5 TG curve of the SC4 green body

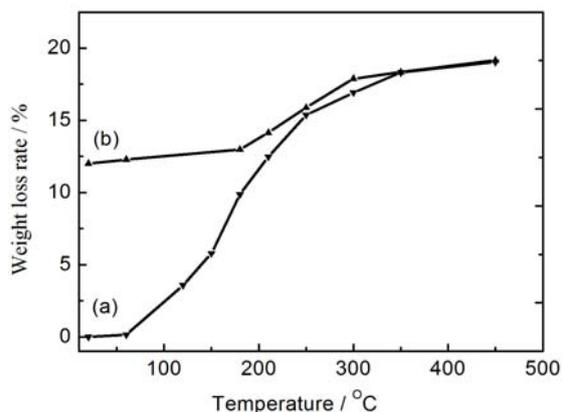


图 6 不同温度下的脱脂效率: (a) 未经过溶剂脱脂的坯体; (b) 经过溶剂脱脂后的坯体

Figure 6 Debinding rates as functions of debinding temperature for samples (a) without solvent treatment and (b) after solvent treatment

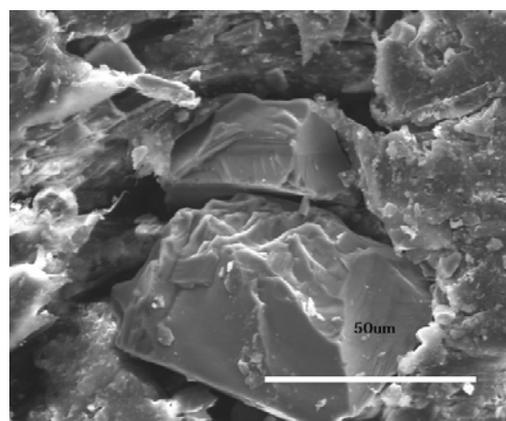


图 7 热脱脂后 SC4 坯体的断面扫描电镜照片

Figure 8 SEM micrograph showing the fracture surface of SC4 sample after thermal debinding

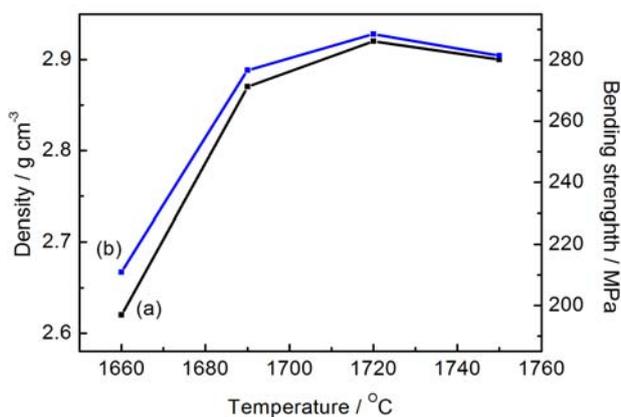


图 8 烧结体的 (a) 密度及 (b) 弯曲强度

Figure 8 (a) The density and (b) the bending strength of the sintered sample

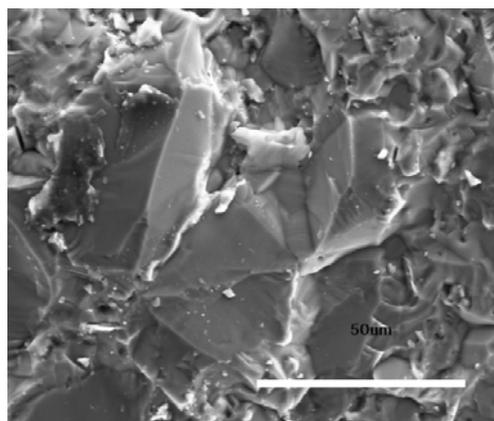


图 9 SC4 烧结体的断面扫描电镜照片

Figure 9 SEM micrograph showing the fracture surface of the sintered sample

## 2.4 烧结工艺

将脱脂后的坯体在真空烧结炉内进行反应烧结, 保温时间均为 2h。图 8 为烧结体密度及弯曲强度随烧结温度的变化关系。当烧结温度为 1720°C 时, 烧结体的密度和弯曲强度达最大值, 分别为 2.96 g/cm<sup>3</sup> 和 290 MPa; 其断裂韧性为 4.14 MPa·m<sup>1/2</sup>, 硬度为 21.6 GPa。与陈日月等<sup>[14]</sup>利用干压成型及注浆成型制备的反应烧结碳化硅陶瓷 (生坯密度分别为 0.84 g/cm<sup>3</sup> 和 0.83 g/cm<sup>3</sup>, 烧结体密度分别为 2.86 g/cm<sup>3</sup> 和 2.90 g/cm<sup>3</sup>; 抗弯强度分别为 254 MPa ± 10 MPa 和 263 MPa ± 10 MPa) 相比, 本研究采用注射成型工艺制备的反应烧结碳化硅陶瓷生坯密度更高, 烧结体性能更好。图 9 为将 SC4 坯体于 1720°C 下保温 2 h 反应烧结后的断面扫描电镜照片, 可以看出烧结体内部孔道几乎被完全填充, 实现了致密化。阿基米德排水法测试结果表明其显气孔率仅为 0.18%。

## 3 结 论

本文对反应烧结碳化硅陶瓷的注射成型工艺进行了初步的摸索, 得到了以下结论:

(1) 陶瓷粉体含量为 80 wt%, 有机载体 (组成为 PW: HDPE: EVA: SA=9: 3: 3: 1) 加入量为 20 wt% 时, 经注射工艺可获得较高烧结体密度的坯体。有机成分中 SA 通过酯化反应与 SiC 粉体间形成化学键, 可以改善粉体的表面活性。

(2) 实验研究给出了最优的混炼工艺为于双螺杆挤出机内 140°C 下混炼 1 h。最佳两步脱脂工艺为: 第一步在正庚烷溶剂中于 40°C 浸泡 6 h, 然后于 50°C 浸泡 4 h; 第二步于 N<sub>2</sub> 气氛下按制定的加热制度进行热脱脂。

(3) 将脱脂后坯体于 1720°C 下反应烧结后可制得显气孔率为 0.18%, 密度为 2.96 g/cm<sup>3</sup>, 抗弯强度为 290 MPa, 断裂韧性为 4.14 MPa·m<sup>1/2</sup>, 硬度为 21.6 GPa 的反应烧结碳化硅陶瓷。

## 参考文献

- [1] 武七德, 洪小林, 黄代勇. 反应烧结碳化硅研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2002, (1): 29-33.
- [2] 颜鲁婷, 司文捷, 苗赫濯. 陶瓷成型技术的新进展[J]. 现代技术陶瓷, 2002, 23 (1): 42-47.
- [3] 李懋强. 关于陶瓷成型工艺的讨论[J]. 硅酸盐学报, 2001, 29 (5): 466-470.

- [4] 尹茜. 反应烧结碳化硼/碳化硅凝胶注模成形工艺的研究[J]. 陶瓷, 2011, (13): 21–24.
- [5] 谢志鹏, 罗杰盛, 李建保. 陶瓷注射成型研究进展[J]. 陶瓷科学与艺术, 2004, 37 (5): 16–18.
- [6] SURI P, ATRE SV, GERMAN RM, et al. Effect of mixing on the rheology and particle characteristics of tungsten-based powder injection molding feedstock [J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 356 (1): 337–344.
- [7] ANI SM, MUCHTAR A, MUHAMAD N, et al. Binder removal via a two-stage debinding process for ceramic injection molding parts [J]. Ceramics International, 2014, 40 (2): 2819–2824.
- [8] 罗威, 肖建中, 施亚齐. 陶瓷注射成形中粘结剂的研究与进展[J]. 现代技术陶瓷, 2008, (4): 35–38.
- [9] SOMMER F, WALCHER H, KERN F, et al. Influence of feedstock preparation on ceramic injection molding and microstructural features of zirconia toughened alumina [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2014, 34 (3): 745–751.
- [10] OLIVEIRA RVB, SOLDI V, FREDEL MC, et al. Ceramic injection molding: influence of specimen dimensions and temperature on solvent debinding kinetics [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 160 (2): 213–220.
- [11] TSENG WJ, Liu DM, HSU CK. Influence of stearic acid on suspension structure and green microstructure of injection-molded zirconia ceramics [J]. Ceramics International, 1999, 25 (2): 191–195.
- [12] THOMAS-VIELMA P, CERVERA A, LEVENFELD B, et al. Production of alumina parts by powder injection molding with a binder system based on high density polyethylene [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2008, 28 (4): 763–771.
- [13] 赵霞, 唐竹兴. 碳化硅陶瓷材料成型工艺的研究进展[J]. 现代技术陶瓷, 2010, (4): 15–17, 22.
- [14] 陈日月, 刘小磐. 成型工艺对反应烧结 SiC 材料性能的影响[J]. 佛山陶瓷, 2005, 15 (11): 5–8.

※ ※

## Study on Injection Molding of Reaction-Bonded Silicon Carbide

ZHANG Zhao<sup>1,2</sup>, ZHANG Yu-Jun<sup>1,2</sup>, GONG Hong-Yu<sup>1,2</sup>, LI Wen-Jie<sup>3</sup>, ZHAI Yan-Xia<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Key laboratory for Liquid-Solid Structural Evolution & Processing of Materials of Ministry of Education, Shandong University, Jinan 250061, China

<sup>2</sup>Key Laboratory of Engineering Ceramics, Shandong University, Jinan 250061, China

<sup>3</sup>Shandong Baona New Materials Co., Ltd, Laiwu 271132, China

**Abstract:** Reaction-bonded silicon carbide (RBSC) was processed by injection molding (CIM) technology, using silicon carbide and carbon black as raw material, paraffin, ethylene vinyl acetate copolymer and high density polyethylene as binders, stearic acid as surfactant. The influence of CIM process on the properties of RBSC ceramics was discussed. It was indicated that the optimal feedstock consisted of 80 wt% of ceramic powder loading and 20 wt% of the organism system with PW:HDPE:EVA:SA=9:3:3:1. Mixing process was performed for one hour. Then the green body was shaped under the injection pressure of 100 MPa. A two-step debinding process was carried out. The samples after debinding was being sintered at 1780°C for 2 h in vacuum and a compact reaction bonding silicon carbide ceramic was prepared, with apparent porosity of 0.18%, density of 2.96 g/cm<sup>3</sup>, bending strength of 290 MPa, fracture toughness of 4.14 MPa·m<sup>1/2</sup> and hardness of 21.6 GPa.

**Key words:** Reaction-bonded silicon carbide; Binders; Injection molding; Debinding