ساخت قطعات آلومینایی به روش قالبگیری تزریقی

مسعود علیزاده*، امیر مقصودی‌پور، سعید حصارکی و مجید علی مددی

پژوهشگاه مواد و انرژی

تاریخ ثبت اولیه:۱۳۸۸/۶/۱۶، **تاریخ دریافت نسخهٔ اصلاح‌شده:**۱۳۸۸/۸/۱۸، **تاریخ پذیرش قطعی:**۱۳۸۸/۹/۱۵

چکیده در تحقیق حاضر شرایط بهینه اعم از نوع بایندر، درصد مناسب آلومینا و پودر، شرایط تزریق و نحوه بایندرزدایی در ساخت قطعات آلومینایی به روش قالبگیری تزریقی بررسی شد. بدین منظور در ابتدا سیستم‌های بایندری مختلفی تهیه شد و با بررسی رفتار رئولوژی آنها بایندرهای حاوی ۱، ۲ و ۴٪ وزنی اسید استئاریک انتخاب گردید. با مخلوط کردن این بایندرها با آلومینا به میزان مشخص (۲۰٪ وزنی بایندر و ۸۰٪ وزنی آلومینا)، ۳ ترکیب متفاوت ساخته شد. بررسی رفتار رئولوژی این ترکیب‌ها مشخص ساخت که بایندر حاوی ۲٪ وزنی اسید استئاریک به عنوان فعال کننده سطح کمترین گرانروی را دارا بوده و همچنین روند تغییرات گرانروی آن با سرعت برشی، بدون تغییر بوده است. در ادامه تحقیق برای دستیابی به ترکیب بهینه پودر آلومینا و بایندر برای رسیدن به چگالی بالا در نمونه‌ها، ترکیب‌هایی با درصدهای مختلفی از بایندر و آلومینا تهیه شد. نتایج بررسی‌های رئومتری ترکیب‌ها نشان داد که ترکیب حاوی ۸۱/۵٪ وزنی آلومینا و ۱۸/۵٪ وزنی بایندر ترکیب با گرانروی مناسب است. پس از تزریق خمیرهای آماده شده و ساخت نمونه‌های آزمایشی، با انجام آنالیز حرارتی سیکل حرارتی دقیقی برای بایندرزدایی تعیین گردید. در پایان نمونه‌ها در دمای ۱۶۰۰ °C به مدت ۳ ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند. چگالی نمونه‌ها (g/cm^3 ۳/۶۸) و استحکام شکست آنها نیز ۱۸۶ MPa به دست آمد.

کلمات کلیدی آلومینا، قالبگیری تزریقی، رئولوژی.

Fabrication of Alumina Parts Using Injection Molding

M.Alizadeh*, A. Maghsoudipour, S. Hesaraki, M. A. Madadi

Materials and Energy Research Center, Karaj, Iran

Abstract In this study, the optimum conditions for producing alumina parts by means of injection molding was investigated. First, different binder systems were prepared and their rheological characteristics were investigated. Then binders containing 1, 2 and 4 weight percent of stearic acid was chose. Three different pastes were prepared with 20 wt% binder (including 1, 2 and 4wt% stearic acid) and 80 wt% alumina. Studying rheological behavior of aforementioned compounds proved that using the binder containing 2 wt% of stearic acid as surfactant shows the lowest viscosity which has a constant alteration against shear rate. In continuous, to attain to the proper composition of powder and binder and achieve high density, different percents of powder and binder was prepared. Rheometric investigations showed that the composition containing 81.5 wt% of alumina and 18.5 wt% of binder was proper to choose. After injecting the prepared feed stocks into the mold and producing samples, thermal analysis was carried out to distinguish the proper thermal cycle of debinding process. Finally sintering was carried out at 1600 °C for 3 hours. Bending strength and density of sintered samples was 186 MPa and 3.68 g/cm^3, respectively.

Keywords Alumina, injection molding, rheology.

***عهده‌دار مکاتبات**

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی.

تلفن: ۶۲۰۴۱۳۱-۰۲۶۱، **دورنگار:** ۶۲۰۱۸۸۸-۰۲۶۱، **پیام نگار:** m-alizadeh@merc.ac.ir.

۱– مقدمه

شکل دهی سرامیک‌ها با روش قالبگیری تزریقی یکی از مدرنترین و با قابلیت‌ترین روش‌ها برای ساخت قطعات سرامیکی با اشکال غیرمتقارن و پیچیده بوده و در عین حال دارای سرعت تولید بالایی است، به همین دلیل از جذابیت فراوانی برخوردار است.

مزایای عمدهٔ روش قالبگیری تزریقی در مقایسه با سایر روش‌های شکل دهی سرامیکها از قبیل ریخته‌گری دوغابی، ریخته‌گری نواری، پرس پودر، ایزواستایک و ... عبارتند است:

– عدم نیازی به عملیات پرداخت
– کوتاه بودن سیکل شکل دهی
– عدم محدودیت در انتخاب نوع پودر از نقطه نظر فیزیکی و شیمیایی
– دقت ابعادی مناسب
– قابلیت اتوماسیون

در این روش پودرهای سرامیکی مختلف به‌همراه کمک زینتر با استفاده از مایعات مانند الکل با یکدیگر مخلوط شده و کاملاً هم زده می‌شوند، سپس پودرها کاملاً خشک شده و در داخل مخلوط‌کن ریخته می‌شود. در حالی که مخلوط‌کن را گرم می‌کنند، به آن بایندر را اضافه می‌نمایند. در مرحلهٔ بعدی ماده مخلوط‌شده را خنک کرده و آن را خرد و دانه‌بندی می‌کنند. مخلوط مذکور را به‌عنوان خوراک دستگاه تزریق استفاده می‌شود [۵–۱] . مخلوط تهیه شده با استفاده از دستگاه قالب‌گیری تزریقی درون قالب فلزی تزریق می‌شود. بعد از خارج نمودن قطعه از قالب، عملیات بایندرزدایی روی قطعه انجام می‌شود. در پایان قطعه تحت معین دمای معین زینتر می‌گردد. در طی فرآیند قالب‌گیری تزریقی برای دستیابی به یک فرآیند تکرارپذیر و قطعه‌ای بدون عیب، کنترل شرایط فرآیند مانند انتخاب مواد اولیه، نحوه تزریق، عملیات بایندرزدایی و زینتر از موارد ضروری می‌باشد [۵–۱].

هدف از تحقیق حاضر بهینه ساختن شرایط ساخت از جمله تعیین بایندر مناسب، نسبت بهینه آلومینا به بایندر و همچنین یافتن سیکل حرارتی دقیق برای بایندرزدایی برای دستیابی به قطعه آلومینایی بدون عیب بوده است.

۲– نحوهٔ انجام آزمایش

۲–۱– مواد اولیه و روش آزمایش

در تحقیق انجام شده از آلومینای MR70 محصول شرکت مارتروکساید آلمان با متوسط اندازه دانه ۰/۸ – ۰/۵ میکرون و سطح ویژهٔ m^2/g ۱۰–۶ استفاده گردید. همچنین با توجه به خصوصیات و ویژگی‌های سیستم بایندر مناسب برای فرآیند قالبگیری تزریقی با انجام آزمایش‌های مختلف، ترکیب بایندر آلی شامل پارافین واکس (PW) محصول شرکت نفت بهران با نقطه ذوب ۸۵ °C موم زنبور عسل صنعتی (BW) با نقطه ذوب ۴۵ °C و اسید استئاریک (SA) به عنوان فعال‌کننده سطح (Surfactant) استفاده شد.

۲–۲– ترکیب بایندر

برای دستیابی به بایندر با خواص قابل قبول، بایندرهای مختلف با ترکیب‌های متفاوت تهیه شدند. در جدول ۱ ترکیب‌های مختلف بایندر گزارش شده است. همان‌طورکه ملاحظه می‌شود در این ترکیب‌ها مقدار پارافین واکس به‌عنوان بایندر اصلی ثابت نگهداشته شد و مقدار موم زنبور به عنوان بایندر فرعی و اسید استئاریک تغییر داده شده است.

جدول ۱. ترکیب بایندرهای مختلف.

ماده	SA6	SA4	SA2	SA1	SA0.5
پارافین (wt%)	۸۹	۸۹	۸۹	۸۹	۸۹
موم زنبور عسل(wt%)	۵	۷	۹	۱۰	۱۰/۵
اسید استاریک(wt%)	۶	۴	۲	۱	۰/۵

۲-۳- آماده سازی مخلوط پودر آلومینا - بایندر آلی

در این بخش دو هدف عمده برای تهیه خمیر شامل آلومینا- بایندر آلی مد نظر قرار گرفت:

۱- تهیه خمیر به منظور بررسی بیشتر و دقیق‌تر اثر اسید استئاریک در بایندر.

۲- بررسی رفتار رئولوژی خمیرها و به‌دست‌آوردن خمیری با گرانروی و رفتار تزریق پذیری مناسب.

به منظور تأمین هدف اول، در ادامه آزمایش‌ها سه ترکیب با بایندرهای SA1، SA2 و SA4 و با نسبت ثابت ۲۰٪ وزنی بایندر و ۸۰٪ وزنی پودر طبق جدول ۲ تهیه شدند.

جدول ۲. ترکیب بایندرهای مختلف با آلومینا.

ترکیب	Al-SA1	Al-SA2	Al-SA4
آلومینا (wt%)	۸۰	۸۰	۸۰
بایندر آلی (wt%)	۲۰	۲۰	۲۰

پس از تعیین ترکیب‌های مختلف، برای اختلاط پودر آلومینا و بایندر آلی از مخلوط کن ساخته شده با قابلیت کنترل دمایی مناسب استفاده شد. بدین منظور در ابتدا پودر آلومینا در خشک‌کن با دمای ۱۰۰ °C به مدت ۲ ساعت جهت حذف رطوبت قرار داده شد. سپس برای تهیه خمیر، ابتدا بایندر آلی در داخل مخلوط‌کن با دمای ۸۵ °C ریخته شد. پس از ذوب شدن بایندر، پودر آلومینا به تدریج همزمان با همزدن به بایندر اضافه گردید. مخلوط تهیه شده به مدت ۲ ساعت هم‌زده شد تا مخلوط کاملاً یکنواخت گردد.

۲-۴- بررسی رفتار رئولوژی بایندر و خمیرهای تهیه شده

رفتار رئولوژی سیستم‌های بایندری مختلف در نظر گرفته شده و خمیرهای آماده‌شده (مخلوط آلومینا- بایندر) توسط دستگاه رئومتر Physica MCR300 در دمای ثابت ۸۵ °C با سرعت برشی (1/s) ۱ تا (1/s) ۱۰۰۰ ارزیابی شد.

۲-۵- برای تعیین سیکل حرارتی مناسب جهت بایندرزدایی

از آنالیز حرارتی همزمان (STA) مدل PL-1350 استفاده شد. آنالیز حرارتی تا دمای ۴۵۰°C با نرخ دمایی ۲ °C /min انجام شد.

۲-۶- ساخت نمونه‌های آزمایشی

پس از به‌دست‌آوردن ترکیب مناسب مجدداً ترکیب مورد نظر تهیه و با استفاده از مخلوط‌کن مقدار معینی از خمیر ساخته شد. خمیر تهیه‌شده با استفاده از دستگاه تزریقی، به درون قالب تزریق شد. در فرآیند قالبگیری تزریقی برای به‌دست‌آوردن نمونه‌های بدون عیب لازم است، دما و فشار تزریق تنظیم گردد. در این تحقیق نیز پس از انجام آزمایش‌های مختلف، فشار و دمای مناسب برای تزریق به‌دست آورده شد.

بدین ترتیب نمونه‌های آزمایشی در دمای ۹۰ °C و فشار MPa ۳-۲/۵ به درون قالب تزریق شدند.

۲-۷- عملیات بایندرزدایی و زینتر

برای دستیابی به رژیم حرارتی دقیق جهت بایندرزدایی، رژیم حرارتی مختلف روی نمونه‌ها اعمال شد. از بین آنها رژیم حرارتی زیر برای بایندرزدایی انتخاب گردید.

$$25 \xrightarrow{1°c/min} 85(2h) \xrightarrow{1°c/min} 150(2h)$$
$$\xrightarrow{1°c/min} 250(1h) \xrightarrow{5°c/min} 1600(3h)$$

پس از بایندرزدایی نمونه‌ها در دمای ۱۶۰۰ °C به مدت ۳ ساعت زینتر شدند.

۲-۸- ارزیابی خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها

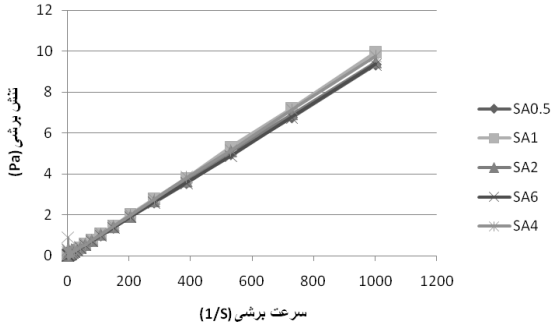
چگالی، تخلخل و جذب آب نمونه‌های زینتر شده مطابق استاندارد ASTM C20-30 به روش ارشمیدوس تعیین شد. استحکام خمشی ۳ نقطه‌ای نمونه‌ها نیز طبق استاندارد ASTM C133-84 اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

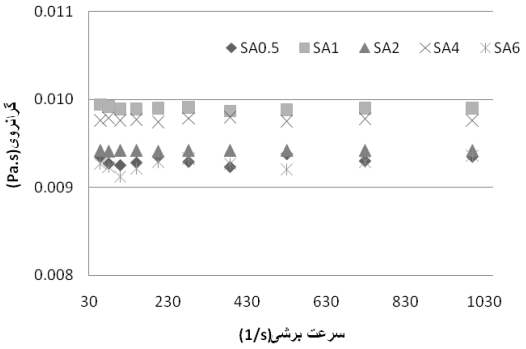
۳-۱- رفتار رئولوژی بایندر آلی

یکی از پارامترهای مهم در فرآیند قالبگیری تزریقی تهیه خمیرهایی با گرانروی مناسب به لحاظ داشتن قابلیت تزریق پذیری بدون عیب آنها است. بدین سبب بررسی رفتار رئولوژی و به تبع آن تعیین گرانروی خمیرها مهم بوده و تمامی عواملی که روی این پارامتر مؤثر هستند را می‌بایست تحت بررسی قرار داد. از جمله می‌توان به رفتار رئولوژی و گرانروی بایندر مصرفی در فرآیند اشاره نمود.

شکل ۱ نمودار تنش برشی- سرعت برشی سیستم های مختلف بایندر آلی در جدول ۱ را نشان می دهد. همانطور که در شکل ۱ ملاحظه می‌شود تمامی بایندرها رفتار نیوتنی دارند.



شکل ۱. نمودار تنش برشی- سرعت برشی بایندرهای آلی.



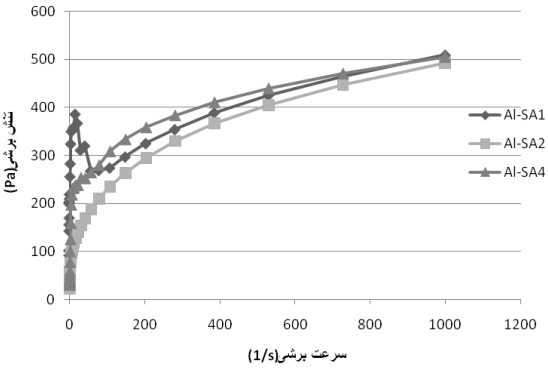
شکل ۲. تغییرات گرانروی بایندرها بر حسب سرعت برشی.

همچنین در شکل ۲ تغییرات گرانروی بر حسب سرعت برشی بایندرهای مختلف گزارش شده است. در این شکل ملاحظه می‌شود که گرانروی بایندرها با تغییر سرعت برشی تغییر قابل توجه‌ای نداشته و در واقع رفتار بایندرها نیوتنی

است. با توجه به نتایج حاصل، از بین بایندرهای تهیه شده، سه بایندر SA1، SA2 وSA4 برای بررسی اثر اسید استئاریک به‌عنوان ماده فعال کننده سطح که معمولا در قالب‌گیری تزریقی برای بهتر نمودن شرایط برهمکنش بین بایندر و پودر سرامیکی (تر شدن سطح پودر توسط مولکول‌های بایندر) استفاده می‌شود، انتخاب شدند.

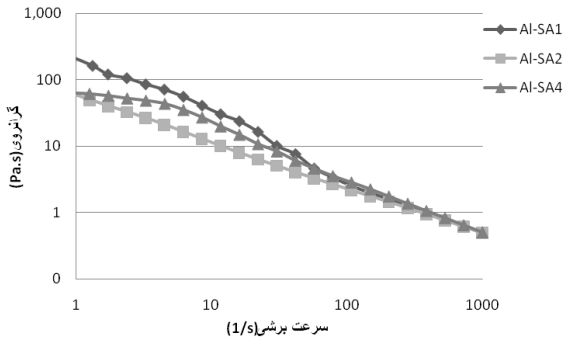
۲-۳- تأثیر ترکیب بایندر روی رفتار رئولوژی خمیر حاوی آلومینا - بایندر آلی

شکل ۳ نمودار تنش برشی – سرعت برشی ترکیب‌های اشاره شده در جدول ۲ را نشان می‌دهد.



شکل ۳. نمودار تنش برشی – سرعت برشی ترکیبهای مختلف.

همانطور که در شکل ۳ مشاهده می‌شود ترکیب‌های تهیه شده رفتار شبه پلاستیک دارند. بدین معنی که با افزایش سرعت برشی گرانروی آنها کاهش پیدا می‌کند. از آنجائی‌که در فرآیند قالبگیری تزریقی روی خمیرهای تهیه شده در حین فرآیند نیرو اعمال می‌شود بنابراین کاهش گرانروی طی اعمال فشار و نیرو برای تزریق مطلوب است. بدین جهت داشتن رفتار شبه پلاستیک برای خمیرها مناسب می‌باشد. نکته قابل توجه در شکل وجود رفتار غیر عادی در ترکیب Al-SA1 است که این مسئله را می‌توان به ایجاد پل‌ها و اتصالات موقت بین ذرات در سرعت‌های برشی کم ربط داد؛ به‌طوری‌که با افزایش سرعت برشی این اتصالات در هم ریخته شده و خمیر رفتار عادی پیدا خواهد کرد. همچنین تغییرات گرانروی ترکیب‌ها بر حسب سرعت برشی در شکل ۴ گزارش شده است.



شکل ۴. تغییرات گرانروی-سرعت برشی ترکیب آلومینا-بایندر مختلف.

شکل ۴ نشان می‌دهد که خمیرهای حاوی بایندرهای SA1,SA4 (۴ و ۱٪ وزنی اسید استئاریک) گرانروی بالاتری نسبت به ترکیب حاوی بایندر SA2 دارند. همچنین روند تغییرات ترکیب SA2 یکنواخت‌تر از دو ترکیب دیگر است که این امر مربوط به اثر اسید استئاریک در ترکیب می باشد. اسید استئاریک به‌عنوان فعال کننده سطح در ترکیب‌ها بوده و اثر آن در ترکیب در واقع ایجاد پل ارتباطی مناسب بین بایندر آلی و آلومینا به‌عنوان یک ماده معدنی به دلیل وجود زنجیره قطبی در انتهای مولکول‌های فعال کننده سطح است [۶]. این نتایج نشان می‌دهد که برای دستیابی به خمیر آلومینایی با گرانروی و رفتار رئولوژی قابل قبول برای تزریق، لازم است که مقدار ۲٪ وزنی اسید استئاریک به سیستم بایندر اضافه نمود. چرا که در این صورت مناسب‌ترین پوشش‌دهی سطحی ذرات آلومینا توسط

مولکول‌های اسید استئاریک صورت یافته و اثر مناسب در جریان یابی آن دارد.

۳-۳- تأثیر مقدار بایندر آلی روی رفتار رئولوژی آلومینا-بایندر

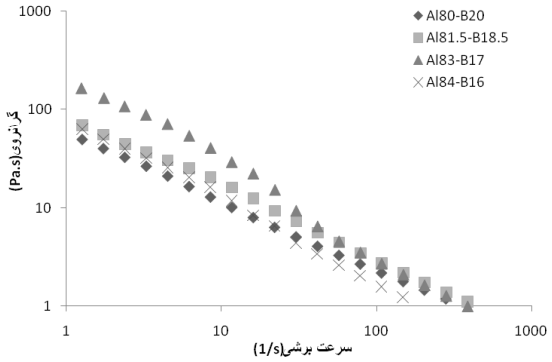
پس از به‌دست‌آوردن ترکیب بایندری مناسب بدلیل آنکه در این تحقیق دستیابی به حداکثر چگالی در ساخت قطعات آلومینایی مد نظر بود. در نتیجه ترکیب‌های مختلفی با درصدهای متفاوتی از بایندر SA2 و آلومینا تهیه شده و سپس رفتار رئولوژی آن ارزیابی شد. جدول ۳ ترکیب‌های تهیه شده را نشان می دهد.

جدول ۳. ترکیبهای مختلف با درصدهای متفاوتی از بایندر – آلومینا.

ترکیب	80Al-20B	81.5Al-18.5B	83Al- 17B	84Al-16B*
آلومینا	۸۰ (wt%)	۸۱/۵ (wt%)	۸۳ (wt%)	۸۴ (wt%)
بایندر	۲۰ (wt%)	۱۸/۵ (wt%)	۱۷ (wt%)	۱۶ (wt%)

*) B همان بایندر SA2 می‌باشد.

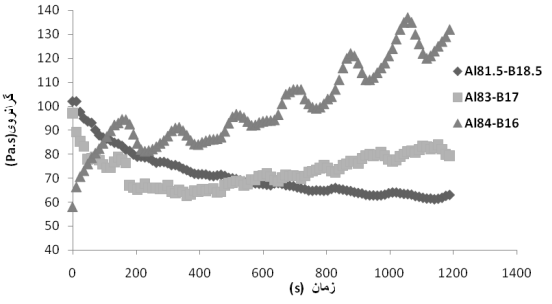
شکل ۵ نمودار تغییرات گرانروی بر حسب سرعت برشی ترکیب‌های جدول ۳ را نشان می دهد. در شکل ملاحظه می‌شود که با افزایش سرعت برشی گرانروی خمیرها کاهش پیدا می‌کند. همچنین روند کاهش گرانروی در تمامی خمیرها یکسان می‌باشد. بدین ترتیب از آنجائیکه سیستم قالبگیری تزریقی فرآیند زمان‌بر بوده و رفتار مخلوط ممکن است تحت تأثیر گذشت زمان حین تزریق قرار گیرد.



شکل ۵. تغییرات گرانروی – سرعت برشی ترکیبهای مختلفی با مقادیر متفاوتی از بایندر – آلومینا.

لذا برای تعیین دقیق‌تر ترکیب‌ها رفتار تغییر گرانروی ترکیبها با زمان تحت یک سرعت برشی ثابت 1/s ۵۰۰ مورد بررسی قرار گرفت.

شکل ۶ تغییرات گرانروی ترکیب‌های مختلف با زمان در سرعت برشی ثابت را برای سه ترکیب (81.5Al-18.5B و 83Al-B17 و 84Al-16B) را نشان می‌دهد.



شکل ۶. تغییرات گرانروی با زمان در سرعت برشی ثابت 1/s ۵۰۰.

همانطور که در شکل ۶ مشاهده می‌شود گرانروی ترکیب 81.5Al-18.5B با گذشت زمان به‌طور یکنواخت کاهش پیدا می‌کند. این مسئله نشان دهنده آن است که ذرات در جهت

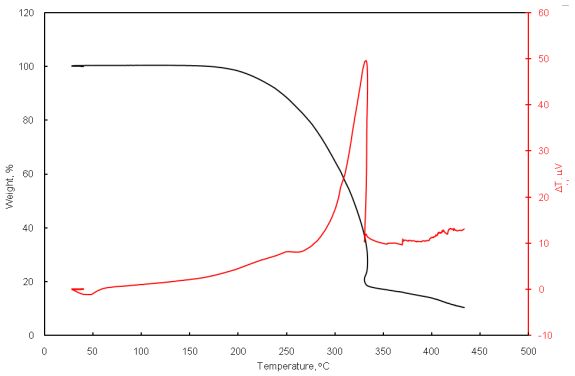
جریان قرار می‌گیرند و حرکت آنها با سهولت انجام می‌شود.

نمودار ترکیب 83Al-17B نشان می‌دهد که با گذشت زمان گرانروی ترکیب ابتدا کاهش یافته و سپس باگذشت زمان، افزایش پیدا می‌کند. در واقع این مسئله نشان دهنده ایجاد یک ساختار جدید بین ذرات با گذشت زمان است، هر چند حالت زیگزالی خیلی کوچک در نمودار ملاحظه می شود. در خصوص ترکیب 84Al-16B به‌طور واضح مشخص است که ترکیب یک رفتار زیگزالی شدید دارد و نشان می‌دهد که در داخل سیستم به‌طور مداوم ذرات بهم چسبیده و سپس از هم جدا می شوند و در جهت اعمال تنش قرار می‌گیرند.

بنابراین با توجه به نتایج حاصله ترکیب 81.5Al-18.5B برای ساخت قطعه به روش تزریق و بررسی سایر خواص مورد نظر انتخاب گردید.

۳-۴- عملیات بایندرزدایی و زینتر

آنالیز حرارتی مخلوط B۱۸/۵ -Al ۸۱/۵ در شکل ۷ آورده شده است.



شکل ۷. آنالیز حرارتی مخلوط آلومینا – بایندر آلی.

همانطور که در شکل ۷ ملاحظه می‌شود، ماکزیمم کاهش وزن ناشی از خروج بایندر آلی در محدوده دمای ^{o}C ۲۰۰ – ۳۵۰ صورت می‌گیرد. بنابراین محدوده دمایی ^{o}C ۲۰۰ – ۳۵۰ بسیار حساس بوده و باید سرعت گرم کردن دراین محدوده بسیار آرام و کنترل شده باشد تا فرآیند بایندرزدایی بدون ایجاد عیب انجام پذیرد. با تعیین سیکل عملیات بایندرزدایی، نمونه‌های تهیه شده بایندرزدایی شدند و سپس در دمای ^{o}C ۱۶۰۰ به مدت ۳ ساعت زینتر شدند.

۳-۵- چگالی، تخلخل، جذب آب و استحکام خمشی نمونه

در جدول ۳ نتایج میانگین اندازه‌گیری چگالی، تخلخل و جذب آب نمونه‌های تهیه شده با ترکیب بهینه گزارش شده است.

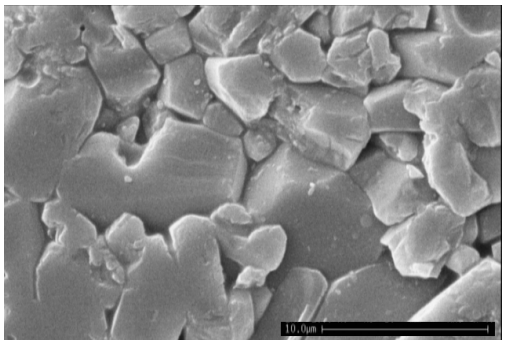
جدول ۳. میانگین چگالی، تخلخل و جذب آب نمونه‌ها.

چگالی (g/cm^3)	۳/۶۸
٪ تخلخل ظاهری	۱/۴۳
٪ جذب آب	۰/۳۸
استحکام پخت (MPa)	۱۸۶

۳-۶- بررسی ریزساختاری

ریزساختار سطح پولیش نمونه‌های زینتر شده در شکل ۸ نشان داده شده است.

در این شکل ریز ساختار متراکم و فاقد تخلخل با اندازه دانه کمتر از ۱۰ میکرون قابل ملاحظه است.



شکل ۸ ریزساختار نمونه تهیه شده.

۴- نتیجه گیری

نتایج حاصل از تحقیق انجام شده را می‌توان به شکل زیر خلاصه نمود:

۱. بایندر حاوی ۲٪ وزنی اسید استئاریک رفتار رئولوژی قابل قبولی در مقایسه با سایر بایندرها دارد، بطوریکه رفتار رئولوژی ترکیب حاوی این نوع بایندر با آلومینا کمترین گرانروی را داشت.

۲. ترکیب شامل ۸۱/۵ درصد وزنی آلومینا و ۱۸/۵ درصد وزنی بایندر بهترین ترکیب به لحاظ قابلیت تزریق‌پذیری و ایجاد قطعه بدون عیب انتخاب شد.

مراجع

1. M. J. Edirisinagle & J. R. G. Evans "Fabrication of engineering ceramics by injection molding I: Material Selection" ***Int. J. High Technology Ceramics***, Vol. 2 (1986).
2. Hill, David. C. and Shukia, Nishwan, "Binder Evolution from Powder Compact; Thermal Profile for injection – moulded article" ***J. Am. Cer. Soc.***, 72:10 1797-1803 (1989).
3. Ohtsuka ceramics, "Wax-Based binders speed up injection molding", ***Adv, Cer. Rep.***,4:5, (1989), 4-5.
4. J. R. G. Evans, "Properties of Ceramic injection molding formulation", Part Melt rheology, ***J. Mat. Sci***., 22 (1987) 269-277.
5. Dean-Mo. Liu and Wenjea. J. Tseng, Rheloloy of Injection – molded Zirconia –Wax Mixtures" ***J. Mat. Sci.***, 35 (2000), 1009-1016.
6. S. Novak, K. Vidovic, M. Sajko and T. Kosmac, "Surface Modification of Alumina Powder for LPIM", ***J. Euro. Cer. Soc.***, 17 (1997) 217-223.