

بهینه‌سازی پارامترهای موثر بر فرایند قالب‌گیری تزریقی پودر کامپوزیت فولاد زنگ‌نزن - کاربید تیتانیم (SS-TiC) جهت کاربردهای مهندسی پزشکی

مهرداد خاک بیز*^۱، عبدالرضا سیم چی^۲

^۱ دانشگاه تهران، دانشکده علوم و فنون نوین، بخش مهندسی پزشکی، تهران، ایران

^۲ دانشگاه شریف، دانشکده مهندسی مواد، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۷/۰۱/۱۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۷/۰۷/۲۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۷/۰۷/۲۸

چکیده در این پژوهش مراحل ساخت کامپوزیت زمینه فلزی پایه فولاد زنگ‌نزن حاوی ذرات کاربید تیتانیم به روش قالب‌گیری تزریقی پودر (PIM) مورد بررسی قرار گرفت. اثر عواملی مانند نرخ برش، اضافه نمودن کاربید تیتانیم، دما و بار جامد بر روی رفتار رئولوژی خوراک‌های مورد استفاده در PIM مورد بحث و بررسی قرار گرفت. بر اساس نتایج به دست آمده بهترین خوراک و دمای مناسب برای فرایند تزریق تعیین شد. بر اساس معادلات مختلف حداکثر بار جامد بحرانی مورد محاسبه قرار گرفت. بعد از این مراحل فرایند تزریق در دو دمای ۹۳ و ۱۱۵°C و در دو فشار ۵ و ۱۰ MPa انجام شد. نتایج نشان داد که با افزایش دما از ۶۰ به ۷۰ درجه سانتی‌گراد گرانیروی خوراک‌ها تقریباً ۲۰٪ کاهش پیدا می‌کند اما از دمای ۷۰ به ۸۰ درجه تقریباً ثابت می‌ماند. میزان گرانیروی تمام خوراک‌ها کمتر از ۱۰۰۰ Pa.s بوده است. میزان بار جامد بحرانی محاسبه شده در این تحقیق نیز ۶۴٪ حجمی می‌باشد.

کلمات کلیدی: قالب‌گیری تزریقی پودر، کامپوزیت، رئولوژی، فولاد زنگ‌نزن.

Optimization of Powder Injection Molding Process Parameter for Production SS316/TiC Composite for Biomedical Application

Mehrdad khakbiz*¹, Abdolreza Simchi²

¹University of Tehran, Faculty of New Science and Technology, Division of Biomedical Engineering, Tehran, Iran

²Sharif university of Technology, Department of Materials Science and Engineering, Tehran, Iran

Abstract The Current investigation was designed to study different steps of powder injection molding of Stainless Steel/TiC Composite. So a multi-component binder was selected and its melting, recrystallization and degradation temperatures were evaluated via DSC and TGA experiments. In order to study the rheological behavior of feedstock, a capillary rheometer was incorporated and the effects of shear rate, TiC content, temperature and solid loading on rheological behavior of feedstock were investigated and based on the results the best feedstock and processing temperature were selected. In the next step, some samples were injection molded at two temperatures (93 and 115 °C) and two pressures (5 and 10 MPa). Results showed that by increasing temperature from 60°C to 70°C the viscosity decreased 20% but will be stable in higher temperature. The viscosity of all sample was below 1000 Pa.s. the calculated solid loading was 64%. By adding TiC particles, the green density of samples decreased from 4.85 gr/cm³ to 4.7 gr/cm³.

Keywords: Powder Injection Molding, Composite, Rheology, Stainless steel.

۱- مقدمه

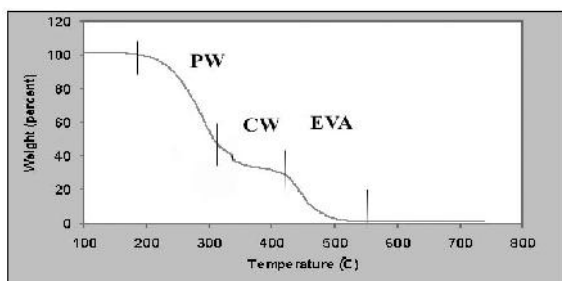
قالب‌گیری تزریقی پودر^۱ (PIM) یک شاخه از متالورژی پودر می‌باشد که برای تولید قطعات پیچیده کوچک در مقیاس وسیع استفاده می‌شود. فرایند قالب‌گیری تزریقی از چهار مرحله تشکیل شده است. در این روش، در ابتدا پودرهای فلزی یا سرامیکی با چسب مناسب مخلوط شده تا اینکه خوراک^۲ تهیه شود. سپس خوراک تزریق شده و قطعه خام به دست می‌آید. پس از این مرحله چسب مورد استفاده را از قطعات خارج کرده و در نهایت به منظور به دست آوردن چگالی نزدیک به چگالی تئوری قطعات تف‌جوشی می‌شوند [۱]. یکی از کاربردهای اصلی روش قالب‌گیری تزریقی پودر تولید ایمپلنت‌های فلزی با کاربردی‌های پزشکی می‌باشد که دلیل اصلی این مورد به قابلیت تولید قطعات پیچیده با ابعاد بسیار دقیق، همراه با پرداخت سطح بسیار عالی این روش برمی‌گردد. از بین انواع فلزاتی که به عنوان ایمپلنت‌های فلزی استفاده می‌شود فولاد زنگ‌نزن یکی از پرکاربردترین این فلزات می‌باشد و مطالعات مختلفی در تولید ایمپلنت‌های فلزی با روش قالب‌گیری تزریقی پودر انجام شده است [۱، ۲]. با این وجود اکثر تحقیقات در زمینه PIM به تولید قطعات فلزی می‌پردازد و ساخت کامپوزیت‌های فلزی به روش PIM چندان مورد توجه قرار نگرفته است. در این تحقیق مراحل تولید قطعات فولاد زنگ‌نزن- کاربید تیتانیم به روش PIM مورد بررسی قرار می‌گیرد. برای این منظور رفتار رئولوژی خوراک، معادلات حاکم بر رفتار رئولوژی مورد مطالعه قرار گرفته و پس از قالب‌گیری خوراک کامپوزیتی، نحوه حذف چسب آن مورد بررسی قرار گرفته است. هدف این تحقیق بررسی اثر درصد فاز تقویت‌کننده کاربید تیتانیم بر روی رفتار رئولوژی، تزریق و حذف چسب این کامپوزیت می‌باشد. از نتایج و دستاوردهای این تحقیق می‌توان برای تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی جهت تولید قطعات ایمپلنت‌های مورد استفاده در پزشکی استفاده نمود.

۲- روش تحقیق

در این تحقیق از پودر فولاد زنگ‌نزن 316L استفاده شد. همچنین به منظور تولید کامپوزیت زمینه فلزی از پودر سرامیکی کاربید تیتانیم (TiC) استفاده گردید (شکل ۱- الف و ب). مورفولوژی پودر کاربید تیتانیم چندوجهی با اندازه متوسط دو میکرومتر و پودرهای فولاد زنگ‌نزن کروی با اندازه متوسط هشت میکرومتر می‌باشد. به منظور بررسی اثر کاربید تیتانیم بر روی مراحل مختلف فرایند، مخلوط‌های پودر با ۰، ۳ و ۵ درصد وزنی کاربید تیتانیم تهیه شدند. در این پژوهش از یک سیستم چسب چند جزئی استفاده شد که شامل واکس پارافین (PW)، اتیلن ونیل استات (EVA)، واکس کاربونا (CW) و اسید استئاریک بود (جدول ۱). سپس مخلوط پودرها با درصد‌های مختلف به همراه چسب مورد نظر مخلوط‌سازی اولیه شد و همچنین بار جامد پودر فولاد زنگ‌نزن در این تحقیق ۵۵ و ۶۵ درصد بوده است. به منظور به دست آوردن مخلوطی همگن‌تر از پودر و مخلوط چسب‌ها از یک مخلوط‌کن Brabender نوع Plastic-Corder با تیغه سیگماشکل استفاده شد. عملیات مخلوط‌سازی در این مخلوط‌کن در دمای ۱۰۰ به مدت یک ساعت و با سرعت ۳۰ rpm انجام گرفت. به منظور بررسی اثر بار جامد نیز عملیات مخلوط‌سازی برای بارهای جامد ۵۵ و ۶۰ درصد حجمی صورت گرفت و لذا شش نوع خوراک با درصد بار جامد ۵۵ و ۶۰ درصد حجمی و سه درصد وزنی مختلف کاربید تیتانیم (۰، ۳ و ۵ درصد وزنی) در مرحله مخلوط‌سازی به عنوان خوراک به شکل گرانول (شکل ۱- ج) تهیه شدند. به منظور تعیین دمای مناسب برای حذف چسب، از آزمایش TGA با دستگاه STA 1640 استفاده شد. سرعت گرم کردن پنج درجه بر دقیقه و آزمایش در محیط هوا انجام گرفت. برای بررسی خواص رئولوژی خوراک و همچنین بررسی اثر پارامترهایی مانند نرخ برش، دما، میزان بار جامد و درصد کاربید تیتانیم آزمایش رئولوژی به عمل آمد. برای این منظور گرانروی خوراک‌ها بر حسب نرخ برش‌های مختلف در دماهای ۶۰، ۷۰، ۸۰ درجه سانتی‌گراد توسط یک دستگاه رئومتر موینگی نوع Instron 3211 با قالبی که دارای نسبت طول به قطر ۳۴

² Feedstock¹ Powder Injection Molding

شکل (۲) پروفیل ترموگرنومتری چسب مورد استفاده در این پژوهش را نشان می دهد. در این نمودار درصد تغییرات جرم نمونه بر حسب افزایش درجه حرارت رسم شده است. در واقع پروفیل ترموگرنومتری اطلاعاتی را درباره دمای تجزیه اجزاء چسب برای مرحله حذف حرارتی آن فراهم می نماید. هم چنین از نمودار TGA می توان برای به دست آوردن حداکثر دمای قالب گیری نیز استفاده کرد. زیرا، دمای قالب گیری نباید از کمترین دمای تجزیه اجزاء چسب، بیشتر باشد. در غیر این صورت در هنگام قالب گیری امکان از بین رفتن جزء چسب وجود خواهد داشت.

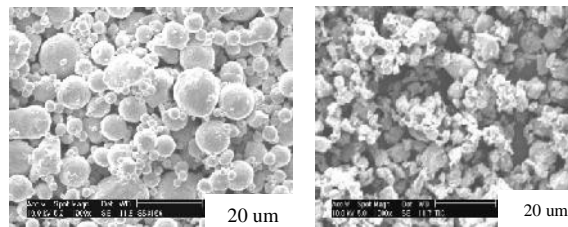


شکل ۲. نمودار TGA چسب مورد استفاده در این پژوهش.

همانطور که پروفیل ترموگرنومتری چسب نشان می دهد، چسب شامل چند جزء بوده و هر جزء در یک محدوده حرارتی مشخص شروع به از بین رفتن می کند. چسب از دمای حدود 200°C شروع به تجزیه شدن می کند و تجزیه آن در 550°C کامل می شود.

شکل (۲) هم چنین نشان می دهد که در مرحله اول، حذف چسب ۵۵٪، در مرحله دوم، ۱۴٪ و در مرحله سوم، چسب ۲۸٪ کاهش جرم وجود دارد. با در نظر گرفتن ترکیب چسب و مقایسه آن با درصد تغییرات حذف چسب در هر مرحله و هم چنین داشتن اطلاعاتی راجع به محدوده تقریبی حذف اجزاء چسب می توان نتیجه گرفت که در محدوده حرارتی $200-306^{\circ}\text{C}$ واکس پارافین، در محدوده $306-440^{\circ}\text{C}$ واکس کاربونا و در محدوده $440-550^{\circ}\text{C}$ ونیل استات تجزیه می شود. با توجه به بحث بالا و هم چنین نمودار STA شکل (۳) که این نمودار نیز از آزمایش TGA حاصل می شود، دمای تجزیه اجزاء چسب نیز به دست خواهد آمد. بر اساس این شکل دمای تجزیه واکس پارافین (PW) $^{\circ}\text{C}$

بود و با دادن زمان تعادل ۱۰ دقیقه، اندازه گیری شد. بر پایه این داده ها پارامترهای مربوط به خواص رئولوژی خوراک های مختلف به دست آمد. پس از مخلوط سازی چگالی هر یک از خوراک های تهیه شده، به روش جابجایی حجمی (غوطه وری در آب) اندازه گیری شد. روش اندازه گیری چگالی بر اساس استاندارد 1979-1/ISO 3923 (E) بود و اساس این روش قانون ارشمیدس است. خوراک به دست آمده در دو دمای ۹۰ و ۱۱۵ درجه سانتی گراد توسط دستگاه Ray-ran شکل (۱) - (د) تزریق شد. به منظور حذف حلالی چسب از حلال هگزان استفاده گردید. نمونه ها در حلال مورد نظر در دو دمای ۴۰ و 60°C در زمان های مختلف غوطه ور شدند و پس از بیرون آوردن از حلال و خشک کردن در آون با ترازوی با دقت چهار رقم اعشار وزن گردیدند.



(الف)

(ب)



(ج)



(د)

شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از پودرهای مورد استفاده: الف- پودر فولاد زنگ نزن ب- پودر کاربید تیتانیم ج- خوراک های تولید شده از مخلوط پودر و چسب و د- دستگاه تزریق Ray-ran را نشان می دهد.

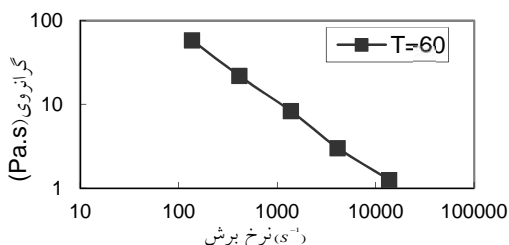
جدول ۱. مشخصات و ترکیبات چسب مورد استفاده

اجزا پلیمری	ساختار	درصد حجمی
واکس پارافین	$\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$	۵۳
اتیل ونیل استات	$(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_4\text{CO})_x$	۳۰
واکس کاربونا	$\text{C}_{25}\text{H}_{51}\text{COOC}_{30}\text{H}_{61}$	۱۵
اسید استئاریک	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	۲

۳- نتایج و بحث

۳-۱- نتایج آزمایش TGA

رئولوژی از خوراک سیال را فراهم می‌کند بهترین روش به منظور پیش‌بینی رفتار سیالیت خوراک در هنگام تزریق است. شکل (۴) ارتباط گرانروی با نرخ برش برای چسب را نشان می‌دهد. از این شکل می‌توان دریافت که با افزایش نرخ برش گرانروی کاهش می‌یابد.



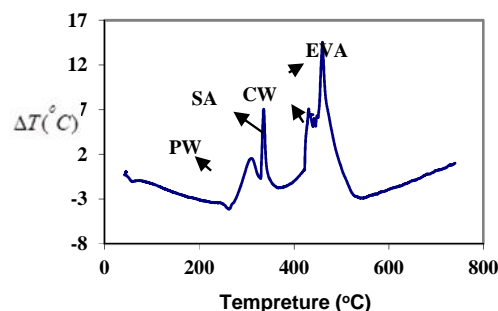
شکل ۴. گرانروی چسب بر حسب نرخ برش

در ادامه به رفتار رئولوژی خوراک‌های تهیه شده پرداخته می‌شود و بر اساس پارامترهای به دست آمده از داده‌های رئولوژی، مناسب‌ترین شرایط از جمله دما، بار جامد، درصد کاربرد تیتانیم و بار جامد بحرانی برای مرحله قالب‌گیری تزریقی پودر تعیین خواهد شد. گرانروی اندازه‌گیری شده خوراک‌های مختلف در نرخ برش^۱ و دماهای مختلف در شکل ۵ آورده شده است. این داده‌ها در واقع معرف میزان سیالیت خوراک‌ها هستند. به طور مثال پایین بودن گرانروی نشان‌دهنده سهولت حرکت خوراک به داخل قالب است. از این شکل‌ها می‌توان دریافت که رفتار رئولوژی خوراک‌ها به نرخ برش، دما، مقدار بار جامد و درصد کاربرد تیتانیم بستگی دارد که در ادامه اثر هر کدام از این پارامترها بحث می‌شود.

۱-۲-۳- وابستگی گرانروی خوراک به نرخ برش

شکل (۵) ارتباط گرانروی با نرخ برش را برای خوراک‌های مختلف در دماهای مختلف در مقیاس لگاریتمی نشان می‌دهد. از این تصاویر می‌توان دریافت که با افزایش نرخ برش گرانروی خوراک‌ها کاهش می‌یابد که به نازک شدن در اثر برش^۲ معروف است. جرمن و بوس^۳ [۱] پیشنهاد داده‌اند که جهت‌یابی مولکول‌های چسب و یا ذرات و منظم شدن آنها در اثر جریان سیال سبب این پدیده می‌شود.

۳۱۶ و اسید استتاریک (SA) ۳۳۷ °C و واکس کاربونا (CW) ۴۳۳ °C و بالاخره اتیلن ونیل استات (EVA) ۴۶۰ °C می‌باشد.



شکل ۳. نمودار STA مربوط به چسب مورد استفاده.

همان‌طور که در بخش‌های قبل ذکر شد چند جزئی بودن چسب دو فایده اساسی دارد. اولاً با حذف هر کدام از اجزاء، چسب باقیمانده می‌تواند پایداری شکل نمونه‌ها را حفظ کند. ثانیاً حذف هر کدام از اجزاء خلل و فرجی را در قطعات ایجاد می‌کند که می‌تواند به حذف جزء بعدی و خروج مواد تجزیه شده کمک کند [۲]. در چسب مورد استفاده نیز با حذف واکس پارافین خلل و فرجی ایجاد می‌شود که به اجزاء دیگر مثل اتیلن ونیل استات (EVA) و واکس کاربونا (CW) این اجازه را می‌دهد که با تجزیه شدن و بدون ایجاد تنش داخلی خارج گردند. هم‌چنین اجزاء EVA و CW پایداری شکل قطعات را بعد از حذف واکس پارافین حفظ می‌کنند.

در هنگام حذف حرارتی چسب با داشتن محدوده تقریبی حذف هر کدام از اجزاء می‌توان فرایند حذف چسب را به‌طور کامل انجام داد. برای این منظور با اعمال یک پروفیل حرارتی مثل گرم کردن با سرعت مناسب تا دمای ۲۰۰ °C و نگه داشتن در این دما برای یک مدت زمان معین، می‌توان واکس پارافین را حذف نمود و با اعمال همین روند برای اجزاء دیگر می‌توان EVA و CW را نیز حذف کرد.

۲-۳- بررسی رفتار گرانروی خوراک‌ها

در فرایند قالب‌گیری تزریقی پودر، مطالعه سیالیت و رفتار رئولوژی خوراک و نحوه پر شدن قالب برای یک قالب‌گیری موفق بسیار کلیدی است [۳-۸]. گرانروی‌سنجی که داده‌های

³ Geraman and Bose

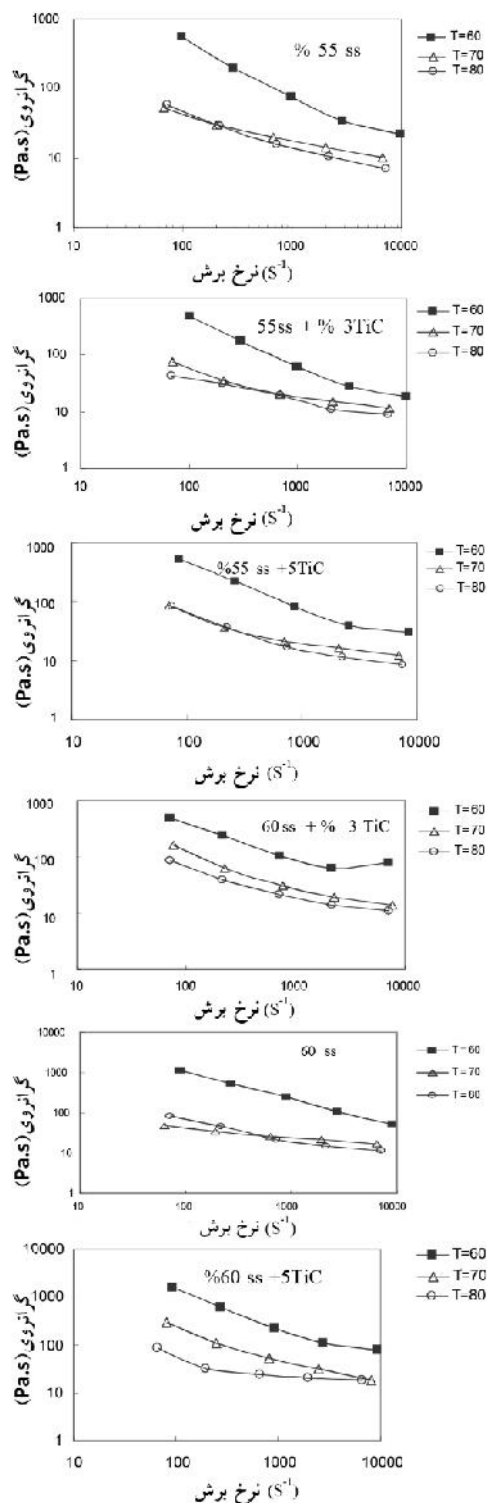
¹ Shear Rate

² Shear Tinning

به هر صورت این پدیده در فرایند PIM مطلوب است که دلیل آن جلوگیری از جدایش پودر-چسب در هنگام تزریق می-باشد. شکل‌های (۴) و (۵) هم‌چنین نشان می‌دهند که در نرخ برش بالا، گرانروی به یک مقدار حداقل می‌رسد. به عبارت دیگر، سیستم خوراک شامل یک رفتار نازک شدن در نرخ برش کم تا متوسط ($X < 3000 S^{-1}$) و رفتار ضخیم شدن^۱ در نرخ برشی نسبتاً بالا ($X > 10000 S^{-1}$) می‌باشد.

این رفتار به دلیل تماس‌های نامناسب ذره به ذره در نرخ-های برشی زیاد می‌باشد که مانع جریان هموار خوراک می‌گردد. در این‌جا ذکر این نکته بجا است که نرخ برش در PIM در محدوده 10^2-10^5 قرار دارد [۱]. با وجود این، به‌طور معمول آزمایش‌های حساسیت به نرخ برش تا $1000 S^{-1}$ در نظر گرفته می‌شود [۹]. از طرفی گرانروی خوراک در هنگام قالب‌گیری معمولی باید زیر $1000 Pa.s$ باشد و حد بالا برای قالب‌گیری با فشار پایین در حدود $40 Pa.s$ است. بر پایه نتایج شکل (۵) می‌توان مشاهده نمود که در نرخ برش $1000 S^{-1}$ خوراک‌های مورد آزمایش مشخصات سیالیت لازم را برای قالب‌گیری معمولی و هم‌چنین قالب‌گیری با فشار متوسط را دارند. به عبارت دیگر، گرانروی این خوراک‌ها در محدوده ذکر شده قرار دارد. هم‌چنین در محدوده نرخ برشی کمتر از $1181 S^{-1}$ ، رفتار خوراک‌های مورد آزمایش مشخصات سیال شبه‌پلاستیک (کاهش گرانروی در اثر افزایش نرخ برش) را دارد که برای قالب‌گیری تزریقی پودر مناسب است.

علاوه بر این، از تصاویر می‌توان دریافت که اثر اضافه نمودن ذرات کاربید تیتانیم به پودر پایه فولاد زنگ‌نزن به شدت به دمای آزمایش و نرخ برش بستگی دارد. به‌طور کلی در دمای بیش از $70^\circ C$ و نرخ برشی زیاد ($X > 10000 S^{-1}$) اثر اضافه نمودن ذرات TiC بر گرانروی چندان واضح نیست. با این وجود در دمای $60^\circ C$ و نرخ برشی پایین، یک کاهش جزئی در میزان گرانروی با افزایش میزان کاربید تیتانیم قابل رویت است. این اثر برای خوراک‌هایی که بار جامد بیشتری دارند واضح‌تر است. به عبارت دیگر، افزودن کاربید تیتانیم به خوراک‌ها باعث افزایش سیالیت آنها شده است. همان‌طور که در شکل (۱) نشان داده شد، ذرات TiC بسیار کوچکتر از پودر فولاد زنگ‌نزن می‌باشند، به‌طوری‌که نسبت قطر

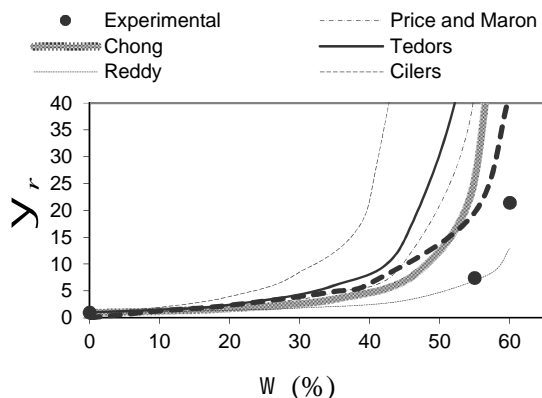


شکل ۵. گرانروی خوراک‌های مختلف بر حسب نرخ برش در دماهای متفاوت.

[۱۶] به داده‌های حاصل از آزمایش نزدیک‌تر است. لذا از این مدل می‌توان برای محاسبه بار جامد بحرانی استفاده نمود. بر اساس این مدل با رسم W بر حسب $(\frac{y-y_b}{y})$ (مطابق شکل ۷) برای داده‌های تجربی، W_c که همان بار جامد بحرانی است به دست می‌آید. لذا با توجه به شکل (۴-۱۲) مشاهده می‌شود که میزان بار جامد بحرانی برای خوراک‌های مورد تحقیق ۶۴٪ حجمی می‌باشد.

جدول ۲. مدل‌های مختلف وابستگی گرانروی به بار جامد.

محقق	معادله
Maron-Price	$y_r = (1 - \frac{W}{W_c})^{-2}$
Chong	$y_r = [\frac{W_c - 0.25W}{W_c - W}]^2$
Crankel	$y_r = \frac{9}{8} [\frac{(W/W_c)^{1/3}}{1 - (W/W_c)^{1/3}}]$
Reddy	$y_r W_b = y_r (W_b)_c + y_b (1 - (W_b)_c) \quad W = W_c * (\frac{y - y_b}{y})$
Tedors	$y_r = (1 + \frac{1.25W}{1 - W/W_c})^2$
Cilers	$y_r = (1 + \frac{1.25W}{W_c - W})^2$

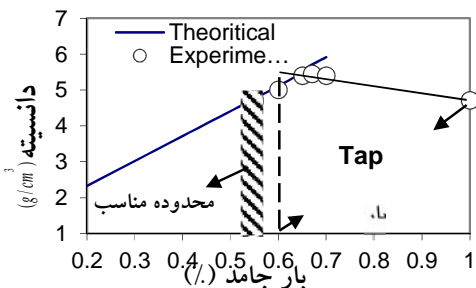


شکل ۶. مقادیر گرانروی نسبی بر حسب بار جامد بر اساس مدل‌های مختلف در کنار مقادیر تجربی.

متوسط آنها ۱:۱۱ است. این بدان معنا است که در نسبت وزنی کم ذرات $TiC(۳٪)$ ، ذرات سرامیکی نقش مهمی در میزان گرانروی نخواهند داشت حتی اگر شکل ذرات TiC بی‌نظم باشد. از طرف دیگر، در یک بار جامد ثابت، اضافه نمودن ذرات TiC موجب می‌شود که از مقدار پودر فولاد زنگ‌نزن در خوراک کاسته شود و تماس‌های ذره به ذره این نوع پودر کاهش یابد. در اینجا باید توجه شود که ذرات کوچک سرامیکی فضای بین ذرات بزرگتر فولاد زنگ‌نزن را پر و چسب محبوس شده در این فضا را آزاد می‌کنند که در اثر این مساله گرانروی کاهش می‌یابد. این پدیده در هنگامی که از بار جامد بیشتری استفاده شود بیشتر مشهود است که دلیل آن تماس‌های بیشتر ذرات فولاد زنگ‌نزن با هم می‌باشد. با این وجود این اثر در نرخ برش‌های زیاد تقلیل می‌یابد که دلیل آن رفتار شبه‌پلاستیک خوراک‌های PIM می‌باشد (کاهش گرانروی در اثر افزایش نرخ برش). علاوه بر این، نتایج نشان می‌دهند که در دمای $70^\circ C$ با افزایش میزان کاربرد تیتانیم گرانروی افزایش می‌یابد. اگر دما به حدی بالا باشد که از اثر اصطکاک بین‌ذره‌ای در مخلوط خوراک جلوگیری کند، لذا پدیده ذکر شده در بالا ایجاد نشده و انتظار می‌رود که افزودن ذرات TiC گرانروی را افزایش دهد که دلیل آن اشکال گوشه‌دار پودرهای TiC می‌باشد. زیرا گرانروی به شکل ذرات بسیار وابسته است. بیان می‌شود ذرات کروی گرانروی را کم می‌کنند در حالی که ذرات بی‌شکل به دلیل اینکه اصطکاک‌های بین-ذره‌ای زیادتری دارند گرانروی را افزایش می‌دهند [۱۰، ۲].

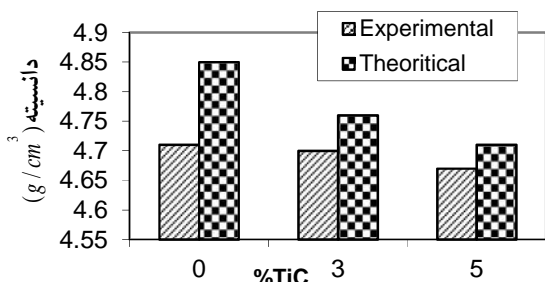
۲-۲-۳- محاسبه بار جامد بحرانی

بار جامد بحرانی خوراک، ترکیبی است که ذرات تا حد امکان بدون هیچ‌گونه فشار خارجی به هم فشرده شده و فضای بین این ذرات با پلیمر پر شده باشد [۱]. تعیین رابطه بین گرانروی و بار جامد و محاسبه بار جامد بحرانی همیشه به عنوان یکی از مطالب جالب توجه برای محققان بوده است و بر اساس آن مدل‌های گوناگونی بیان شده است. تعدادی از این معادلات از منابع [۱۱، ۱۲، ۱۳، ۱۵، ۱۶] استخراج شده و در جدول (۲) فهرست شده‌اند. در این معادلات W بار جامد، W_c بار جامد بحرانی و y_r گرانروی نسبی (نسبت گرانروی خوراک به چسب) است. در شکل (۶) مدل‌های گوناگون رسم شده و هم-چنین گرانروی تجربی خوراک‌های مورد آزمایش نیز آمده است. چنانچه مشاهده می‌شود از بین مدل‌های مختلف، مدل Reddy



شکل ۸. نمودار چگالی تئوری و اندازه‌گیری شده خوراک‌ها بر حسب بار.

همان‌طور که در شکل (۸) ملاحظه می‌گردد بین چگالی به-دست آمده برای خوراک‌های مختلف و چگالی تئوری مربوط به آنها تا بار جامد ۶۴٪ حجمی اختلاف زیادی وجود ندارد و این موضوع نشان‌دهنده آن است که فرایند مخلوط‌سازی مطلوب بوده و میزان حباب‌های محبوس شده در خوراک به حداقل رسیده است. انحراف چگالی اندازه‌گیری شده از چگالی تئوری در بار جامد ۶۴٪ حجمی شروع شده و این موضوع نشان‌دهنده آن است که میزان بار ۶۴٪ حجمی همان بار جامد بحرانی است که معادل با مقدار حاصل در بخش قبل می‌باشد.



شکل ۹. اثر کاربرد تیتانیوم روی چگالی خوراکها با بار جامد ۵۵ درصد.

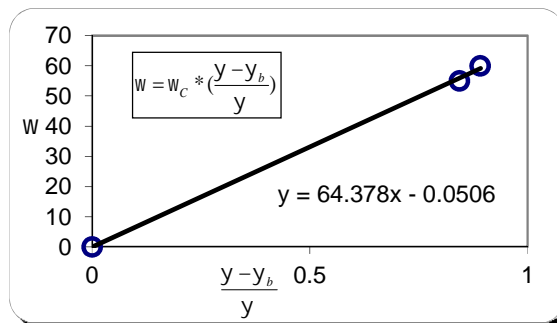
با توجه به این مطلب و اینکه بار مناسب برای قالب‌گیری به‌طور معمول ۹۵-۹۲٪ بار جامد بحرانی است، محدوده بار مناسب برای قالب‌گیری در شکل (۸) نشان داده شده است. موضوع دیگر مربوط به بررسی اثر کاربرد تیتانیوم بر چگالی خوراک می‌باشد. همان‌طور که در شکل (۹) در بار جامد ۵۵٪ مشاهده می‌شود با افزایش درصد کاربرد تیتانیوم در ابتدا چگالی خوراک کاهش می‌یابد که دلیل آن چگالی کمتر TiC نسبت به فولاد زنگ‌نزن است. هم‌چنین با افزایش درصد TiC میزان انحراف چگالی‌های اندازه‌گیری شده از مقدار تئوری خود کمتر می‌گردد. دلیل این موضوع آن است که ذرات TiC بین پودر فولاد زنگ‌نزن قرار گرفته و می‌تواند خلل و فرج بین ذرات پودر

۳-۳- نتایج چگالی سنجی خوراک‌ها

شکل (۸) رابطه بین بار جامد و چگالی خوراک را نشان می‌دهد. همان‌طور که واضح است با افزایش بار جامد به دلیل اینکه چگالی جامد از پلیمر بیشتر است، چگالی خوراک افزایش می‌یابد. چگالی تئوری نیز طبق معادله ۱ با بار جامد افزایش پیدا می‌کند [۱].

$$\dots_M = W\dots_P + (1-W)\dots_B \quad (1)$$

که در این رابطه ρ چگالی تئوری خوراک، \dots_P و \dots_B چگالی پودر و پلیمر می‌باشد. به‌طور معمول چگالی اندازه‌گیری شده از چگالی تئوری انحراف نشان می‌دهد زیرا همیشه بین پودرها خلل و فرج وجود دارد. هم‌چنین در هنگام مخلوط‌سازی ممکن است حباب‌های هوا در داخل خوراک محبوس شود. افزایش در میزان اختلاف چگالی تئوری و اندازه‌گیری شده نشان می‌دهد که چسب دیگر نمی‌تواند خلل و فرج بین ذرات پودر را پر کند. این حالت وقتی اتفاق می‌افتد که میزان بار جامد خوراک به حد بحرانی و یا بالای حد بحرانی برسد زیرا در این مقدار بار جامد، خلل و فرج زیادی بین ذرات پودر وجود دارد در حالی‌که چسب کافی برای پرکردن این خلل و فرج ندارد. لذا در بار جامد بحرانی چگالی اندازه‌گیری شده به شدت به زیر چگالی تئوری افت می‌کند.

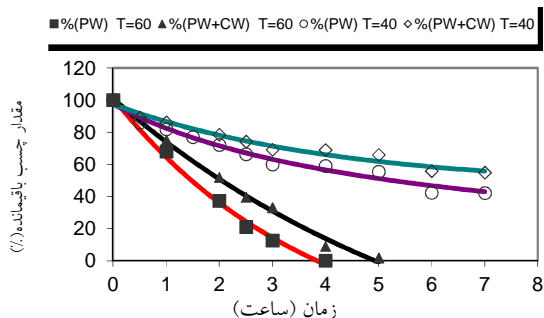
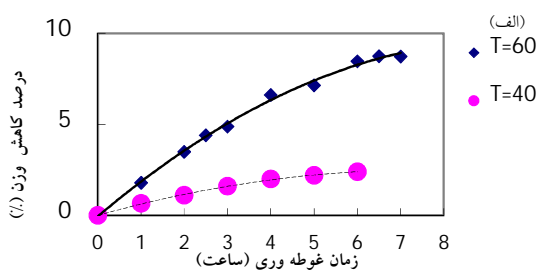


شکل ۱۰. محاسبه بار جامد بحرانی بر اساس مدل Reddy

از این موضوع می‌توان به عنوان یکی از روش‌های اندازه‌گیری بار جامد بحرانی استفاده نمود. با رسم چگالی تئوری و چگالی تجربی خوراک‌ها در یک نمودار مشابه نمودار شکل (۸) و به‌دست آوردن نقطه انحراف شدید این دو چگالی از هم، بار جامد بحرانی را می‌توان محاسبه نمود.

۳-۵- حذف حلالی چسب

در شکل (۱۱- الف) نمودار تغییر وزن نمونه‌ها بر حسب زمان غوطه‌وری در حلال در دو دمای 40°C و 60°C در حلال هگزان نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، سرعت حذف چسب در ابتدا زیاد و به تدریج کم می‌شود. مشاهده می‌شود با افزایش دما میزان کاهش جرم نمونه‌ها بیشتر می‌شود. در شکل ۱۱-ب میزان چسب واکس پارافین (PW) و مجموع واکس پارافین و واکس کاربونا در دو دمای 40 و 60 درجه سانتی‌گراد نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در دمای 40 درجه سانتی‌گراد حدود 40% از مخلوط این دو چسب در نمونه‌ها باقی‌مانده است در حالی‌که در دمای 60 درجه کل چسب بعد از چهار ساعت حذف شده است. در شکل (۱۲) تصویر میکروسکوپی نمونه حذف چسب شده در سه ساعت نشان داده شده است و در این تصویر کانال‌های خالی از چسب در اثر غوطه‌وری در هگزان به راحتی قابل رویت است. با بررسی قطعات به صورت چشمی مشاهده شد که در قطعات کمتر از سه ساعت غوطه‌وری عیوبی مشاهده نمی‌شود. شکل (۱۲-ج) سطح مقطع قطعات را در زمان‌های چهار ساعت غوطه‌وری نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در زمان بیش از سه ساعت، قطعات ترک‌دار می‌شوند.

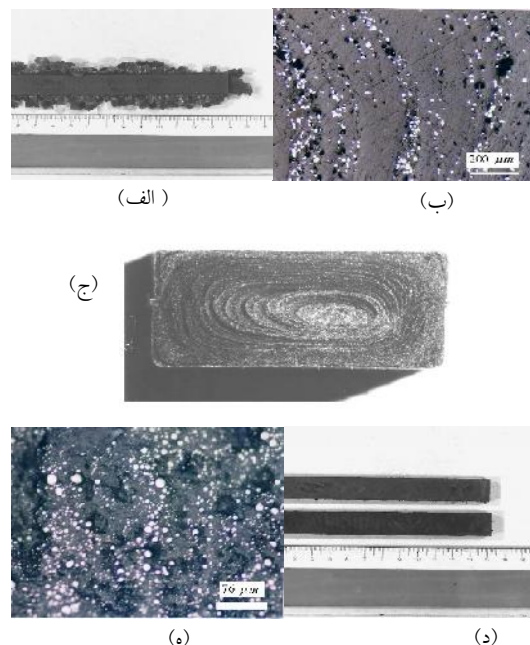


شکل ۱۱. الف- نمودار تغییرات وزن نمونه‌ها بر حسب زمان غوطه‌وری در هگزان و ب- میزان چسب باقی‌مانده در نمونه‌ها.

فولاد زنگ‌نزن را پر کند. با این‌کار چگالی خوراک به چگالی تئوری نزدیک‌تر می‌شود. لذا یکی از اثرات مثبت اضافه نمودن ذرات TiC کم نمودن میزان خلل و فرج داخل خوراک است.

۳-۴- نتایج قالب‌گیری خوراک‌ها

در شکل (۱۰) نمونه‌های قالب‌گیری شده در دمای 60°C و 115 و هم‌چنین فشار 10MPa توسط دستگاه تزریق پلاستیک نشان داده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود در قطعات تزریق شده نواقصی دیده می‌شود به‌طور مثال در شکل (۱۰-الف) مشاهده می‌شود که دمای زیاد در هنگام تزریق سبب پلیسه‌دار شدن نمونه‌ها شده است. در شکل (۱۰-ب) و (ج) نیز دیوار متحدالمرکزی بر روی مقطع عرضی نمونه‌ها دیده می‌شود که علت آن جدا شدن ذرات پودر از چسب در هنگام تزریق می‌باشد. در این شکل نقاط سفید رنگ پودر و زمینه سیاه چسب است. با در نظر گرفتن بحث بالا می‌توان نتیجه گرفت که دمای 115°C و فشار 10MPa برای تزریق زیاد است و لذا برای رفع عیوب ذکر شده دما به 93°C و فشار به 5MPa کاهش یافت. شکل (۱۰-د) و (ه) نمونه‌های تزریق شده در این شرایط را نشان می‌دهد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، نمونه‌ها عاری از عیوب ذکر شده هستند و شکل (۱۰-ه) نیز نشان می‌دهد که در این نمونه‌ها جدایش پودر و پلیمر صورت نگرفته است.

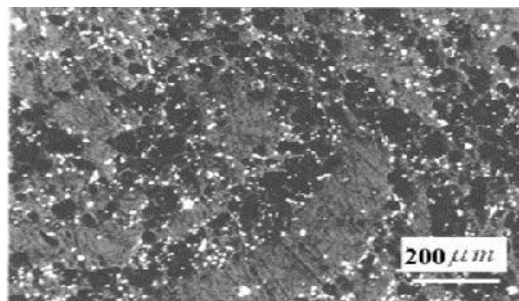


شکل ۱۰. نمونه‌های تزریق شده در شرایط مختلف.

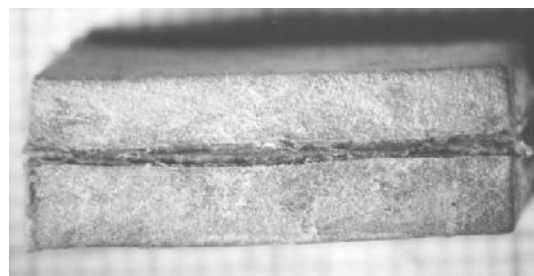
داد که نمونه های تزریق شده در دمای ۱۱۵ درجه سانتی گراد و فشار ۱۰MPa برای قالب گیری مناسب نمی باشد و با کاهش دما به 93°C و فشار به ۱۰MPa نمونه های عاری از عیوب به دست آمد. در نهایت توسط هگزان فرایند حذف چسب در دو دمای 40°C و 60°C انجام گرفت و مشاهده شد که با سه ساعت غوطه وری می توان چسب به کار رفته در نمونه ها را حذف نمود.

مراجع

1. R. M. German and A. Bose, Injection Molding of Metal and Ceramic, MPIF, New Jersey, 1997.
2. R. M. German, Powder Injection Molding, MPIF, New Jersey, 1990.
3. D. Lin, D. Sanetnik, H. Cho, S. Taek Chung, S. Jin Park, " Rheological and thermal debinding properties of blended elemental Ti-6Al-4V powder injection , molding feedstock, Powder Technology, Vol. 311, 15 2017, pp. 357-363.
4. A. Romero, G. Herranz, "Development of feedstocks based on steel matrix composites for metal injection moulding, Powder Technology, Vol.308, 2017, pp. 472-478
5. V. Demers, F. Fareh, S. Turenne, N. R. Demarquette, O. Scalzo , "Experimental study on moldability and segregation of Inconel 718 feedstocks used in low-pressure powder injection molding", Advanced Powder Technology, Vol. 29, 2018, pp. 180-190.
6. M. Aslam, F. Ahmad, P. S. M. B. M. Yusoff, K. Altaf, R. M. German, Powder injection molding of biocompatible stainless steel biodevices", Powder Technology, Vol. 295 2016, pp. 84-95.
7. V. Perez-Puyana, M. Felix, A. Romero, A. Guerrero, "Development of eco-friendly biodegradable superabsorbent materials obtained by injection moulding ,Journal of Cleaner Production, Journal of Cleaner Production, Vol.198, 2018, pp. 312-319.
8. E. Yılmaz, A. Gökçe, F. Findik, H. Gulsoy," Metallurgical properties and biomimetic HA deposition performance of Ti-Nb PIM alloys", Journal of Alloys and Compounds, Vol.746, 2018, pp. 301-313.



(الف)



(ب)

شکل ۱۲. الف- تصویر میکروسکوپ از سطح مقطع نمونه های حذف چسب شده در سه ساعت و ب- تصویر نمونه حذف چسب شده در چهار ساعت.

سرعت حذف چسب بالا سبب ایجاد تنش های داخلی شده که این تنش ها منجر به ترک برداشتن نمونه ها می شود. لذا زمان سه ساعت حذف حلالی چسب در دو دمای 40°C و 60°C به این دلیل که تا این زمان عیوبی در قطعه ظاهر نمی شود زمان مناسبی است.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق با استفاده از آزمایش DSC دمای ذوب و همچنین دمای تبلور مجدد چسب مورد استفاده در این تحقیق به دست آمد. نتایج نشان دادند که دمای ذوب پارافین (PW)، 56°C و دمای ذوب جزء اتیلن ونیل استات 93°C است. همچنین دمای تبلور مجدد چسب 53°C به دست آمد. با استفاده از این داده ها، دماهای تقریبی مخلوط سازی و قالب گیری تعیین شد. دمای مخلوط سازی و قالب گیری باید به منظور ذوب کامل چسب بالاتر از 93°C و همچنین دمای قالب در هنگام قالب گیری باید کمتر از 53°C باشد. نتایج رفتار رئولوژی خوراک ها نشان داد که چسب مورد استفاده برای فرایند PIM مناسب می باشد. همچنین افزودن کاربرد تیتانیم خواص رئولوژی خوراک ها را مطلوب می کند. تزریق خوراک ها نشان

9. R. Supati, N. H. Loh, K. A. Khor and S. B. Tor, "Mixing and Characterization of Feedstock for Powder Injection Molding", *Materials Letters*. Vol. 46, 2000, pp. 109-114.
10. C. Beebhas, C. Mutsuddy and R. G. Ford, *Ceramic Injection Molding*, Chapman and Hall, London, 1995.
11. Y. Li, B. Huang and X. Qu, "Viscosity and Melt Rheology of Metal Injection Moulding Feedstock", *Powder Metallurgy*, Vol. 42, 1999, pp. 86-90.
12. B. Hausnerova, "Rheological Properties of Particle Filled Polymers", *www. Mat. chalmers.se/kurser/mpm065/lecture.pdf*, Access in July 2003.
13. F. J. Liu and K. S. Chou, "Determining Critical Ceramic Powder Volume Concentration from Viscosity Measurements", *Ceramics International*, Vol. 26, 2000, pp. 159-164.
14. G. P. Bierwagen, "CPVC Calculation", *J. Paint. Technol.*, Vol. 44, 1972, pp. 46-55.
15. Ir. R. Rutgers, "Relative Viscosity and Concentration", *Rheol. Acta*, Vol. 2, 1996, pp. 305-349.
16. J. Janardhana Reddy, N. Ravi and M. Vijayakumar, "A Simple Model for Viscosity of Powder Injection Moulding with Binder above Powder Critical Binder Volume Concentration", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 20, 2002, pp. 2183-2190.