Journal of Advanced Materials and Technologies

Journal Homepage: www.jamt.ir

Materials and Energy Research Center
MERC

Extended Abstract (between 750 – 1500 words)

Investigating the effect of solid load on the process of low-pressure injection molding (LPIM) of zirconia parts

Jaber Mirzaei [1], Danial Ghafoori [2*], Hamidreza Rezaei [3]

[1] *Instructor, Department of Aerospace Engineering, Shahid Sattari University of Aeronautical Sciences and Techniques, Tehran, Tehran, Iran*
[2] *Chief Executive Officer, Nogara Ceram Fanavar Company, Materials and Energy Research Institute growth center, Meshkin Dasht, Alborz, Iran*
[3] *Professor, Department of Aerospace Engineering, Shahid Sattari University of Aeronautical Sciences and Techniques, Tehran, Tehran, Iran*

* Corresponding Author's Email: Danial74.ghafoori@gmail.com

Paper History:
Received: 2021-08-02
Revised in revised form: 2021-08-27
Scientific Accepted: 2021-09-14

Keywords:
Low pressure injection molding,
Zirconia,
Paraffin wax,
Debinding,
Feedstock,

Abstract: In this article, Low-Pressure Injection Molding (LPIM) method was investigated as a method for forming zirconia (zirconium oxide) parts. It is one of the methods used for manufacturing engineering ceramics with complex shapes and high dimensional accuracy. In this method, a binder composition (paraffin waxe) is used as the plasticizing agent to shape zirconia particles. Optimizing the volume percentage of solid load helps to make parts without defects. For this purpose, in this research, two ways of investigating the behavior of flow behavior and debonding of zirconia feedstocks were used to select the optimal percentage of solid load. This optimization was done between feedstocks containing 52, 53, and 54 Vol% of solid load and at temperatures of 70, 80, and 90 °C. The feedstock containing 54% solid load has better flow behavior and less sensitivity to shear, as well as better debonding behavior than the other two feedstocks, and it was possible to make the part without defects through this feedstock.

.

https://d??? URL: https://www.jamt.ir/article_???

Corrected Proof

1. INTRODUCTION

The ceramic injection molding (CIM) method is used to produce complex ceramic parts with high dimensional accuracy. This method is economically viable because it does not require processes such as machining in most cases and enables mass production. The research on injection molding of ceramics in the past decades has focused on the selection of powder with the desired morphology [Mannschatz et. al, 2011, Merz et. al, 2003, Nogueira et. al, 1992] and the selection of suitable organic materials as binders [Hanemann et. al, 2010, Yang et. al, 2013, Paul Lin et. al, 1994].

Powder injection molding (PIM) is a combination of powder technology and injection molding that involves several stages, including mixing, debinding, and sintering [Witzleben, et. al, 2021]. During mixing, ceramic powder is blended with binders to form a homogeneous compound. Binders provide viscosity to the powder, thereby simplifying the process of filling feedstock into molds during injection molding. Optimum powder loading ratio is also important in the success of PIM. The powder and binder ratio ranges from 50% to 70% by volume [Wang et. al, 2016].

A high powder loading ratio will cause inconsistencies in the injected parts, which can subsequently damage the injec- tion machine. By contrast, a low powder loading ratio can cause separation of binders from powder during injection, thus prolonging debinding and leading to considerable shrinkage during sintering [Witzleben, et. al, 2021, Wang et. al, 2016, Li et. al, 2007]. An optimum percentage of powder loading can minimize shrinkage, prevent cracking, and increase the mechanical properties of materials [Roh et. al, 2011].

Therefore, in this research, the rheological properties of ceramic feedstock were evaluated to obtain the optimal ratio of binder and ceramic powder. Flow behavior feedstock in a function of shear rate dependence of the viscosity can be described by[Geraman and Bose, 1997]:

$$\eta = K\gamma^{\cdot n-1} \quad (1)$$

Please cite this article as: First Author Name, Second Author Name, Third Author Name, "English Title", ***Journal of Advanced Materials and Technologies***, Vol. ?, No. ?, (2021), ??-??. https://doi.org/10.30501/jamt.2021.??????.????

2783-0829/© 2021 The Author(s). Published by MERC.
This is an open access article under the CC BY license (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

where η is the viscosity at shear rate of $\gamma^{\cdot}$, K is a constant and n is a flow behavior index. It is known as the power-law equation and has been used extensively to explain the correlation of the viscosity and shear rate.

Debonding process is one of the most important steps in the injection molding method. At this stage, the binder combined with ceramic powder is separated from the raw ceramic piece at a suitable decomposition temperature (less than 600 °C) and prepares the piece for the sintering process. Choosing the right temperature and time will have a great impact on the properties of the final ceramic piece [Thomas-Vielma et. al, 2008, Cheng et. al, 2010].

In general, there are two types of injection molding methods: 1) High-Pressure Injection Molding (HPIM) and 2) Low-Pressure Injection Molding (LPIM). LPIM functions based on the application of thermoplastic organic compounds, which become fluid at rather lower temperatures, e.g., 60–70 °C. The major component of this binder system is paraffin wax, which melts at this low temperature. Since the ceramic polymer compositions based on paraffin have rather low viscosity and good fluidity, very high softness and plastic properties at rather low temperatures, these compositions require only low pressures (0.2–0.7 MPa) to force them to fill the mold cavities [Leverkoehne et. al, 2001, Quevedo Nogueira et. al, 2001]. In this case, a ceramic powder is mixed and plasticized with this paraffin-based binder system at 60-70 °C, and the prepared composition is injected (cast) into the metallic molds. When the mold is cooled down, a solidified green body is ejected from it. Followed by the binder removal (debinding or dewaxing), the ceramic body is fired for the required density. This method and its major principles were developed in the 1950s-1960s by P.O. Gribovsky in the former Soviet Union. When first proposed, the mentioned method was named 'hot casting' or 'hot casting of thermoplastic slurries'. Optimization of this technology allowed for the production of different ceramic components for different applications on the high-volume industrial basis for years [Bauer et. al, 2002, Knitter et. al, 2001, Krindges, et. al, 2008].

The purpose of this research is to optimize the amount of solid load by investigating its flow behavior and also to find the suitable thermal profile for debonding in order to obtain a defect-free zirconia piece.

2.MATERIALS AND METHODS

To make zirconia crucible, monoclinic zirconia powder (Zirconia ZCO-E3, IMERYS fused minerals yingkou) with the average particle size of 3 micron and purity of more than 98.5%, fused magnesia powder with the purity of 97.5% (IRP FM 97.5T, IRREP Co., Iran) and particle size of less than 10 µm, alumina with the average particle size of 4 µm, and silica with an average particle size of 5 µm were used. Moreover, paraffin wax, industrial wax, and acetic acid were used in the binder composition.

3.RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Flowing behavior and feedstock rheology

The scatter plots in Figure 1 demonstrates the relationship between viscosity and shear rate at 70, 80 and 90°C. Viscosities were significantly influenced by the shear rates and depended minimally on powder loading and temperature. The viscosities decreased toward a minimum value as the shear rate increased regardless of powder loading, demonstrating the shear thinning effect [Ahn et al., 2009].

No powder binder separation occurred in the mixture since no dilatant flow behavior was observed. Thus, the melted feedstock of 52 vol.% demonstrated lowest viscosity at all shear rates and temperatures which exhibited better flowability during the micro filling of complex parts in the injection molding process. In comparison, the 53 and 54 vol.% feedstock also exhibited low values of viscosity, which is less than 1000 Pa.s and within the desirable range for injection molding.

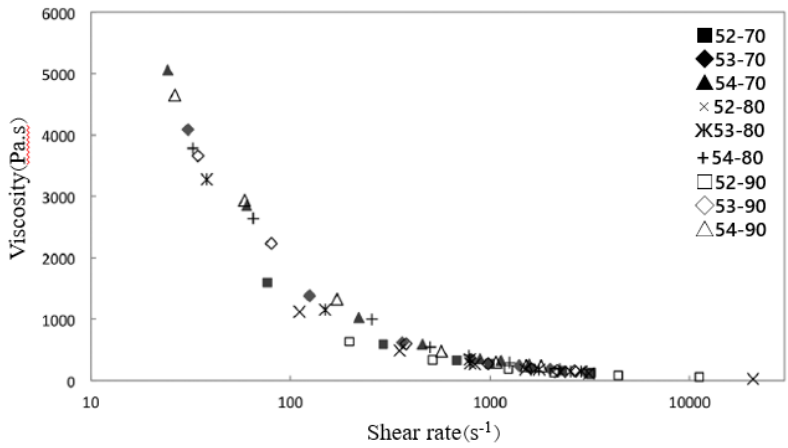


FIGURE 1. Relationship of viscosity and shear rate at different temperatures

4. ACKNOWLEDGEMENT

Corrected Proof

The authors of this article are grateful to Nogara Ceram Fanavar Company for using its laboratory facilities.

5. REFERENCES

فصلنامهٔ مواد و فناوری‌های پیشرفته

Journal Homepage: www.jamt.ir

مقالهٔ کامل پژوهشی

بررسی تأثیر مقدار بار جامد بر فرایند قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین (LPIM) قطعات زیرکونیایی

جابر میرزایی[۱]، دانیال غفوری[۲*]، حمیدرضا زارعی[۳]

[۱] مدرس، دانشکدهٔ مهندسی هوافضا، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، تهران، تهران، ایران
[۲] مدیر عامل، شرکت نوگرا سرام فناور، مرکز رشد پژوهشگاه مواد و انرژی، مشکین‌دشت، البرز، ایران
[۳] استاد، دانشکدهٔ مهندسی هوافضا، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، تهران، تهران، ایران

تاریخچهٔ مقاله:
ثبت اولیه: ۱۳۹۹/؟؟/؟؟
دریافت نسخهٔ اصلاح‌شده: ۱۳۹۹/؟؟/؟؟
پذیرش قطعی: ۱۴۰۰/؟؟/؟؟

کلیدواژه‌ها:
قالب‌گیری تزریقی در فشار پایین،
زیرکونیا،
پارافین وکس،
چسب‌زدایی،
خوراک

چکیده

در این پژوهش از روش قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین به‌عنوان یکی از روش‌های شکل‌دهی سرامیک‌های پیشرفته و با پیچیدگی بالا برای ساخت قطعات زیرکونیایی (اکسید زیرکونیوم) استفاده شد. بهینه‌سازی درصد حجمی بار جامد به ساخت قطعاتی بدون عیب کمک می‌کند. برای این کار در این پژوهش از دو مسیر بررسی رفتار جریان‌یابی و چسب‌زدایی خوراک‌های زیرکونیا برای انتخاب درصد بهینهٔ بار جامد استفاده شد. این بهینه‌سازی بین خوراک‌های حاوی ۵۲، ۵۳ و ۵۴ درصد حجمی بار جامد و در دماهای ۷۰، ۸۰ و ۹۰ درجهٔ سلسیوس انجام شد. در این میان، خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد دارای رفتار جریان‌یابی بهتر و حساسیت کمتر به برش و همچنین رفتار چسب‌زدایی بهتری از دو خوراک دیگر بوده و ساخت قطعهٔ بدون عیب ازطریق این خوراک میسر شد. بدنهٔ زینترشدهٔ زیرکونیایی دارای چگالی بالک ۴/۵۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب و درصد تخلخل ظاهری ۱۸/۵ است. این قطعه با خواصی که دارد برای بوته‌های سرامیکی با کاربرد ذوب و ریخته‌گری سوپرآلیاژ های پایهٔ نیکل مناسب است.

https://doi.org/10.30501/jamt.2021.??????.???? URL: http://www.jamt.ir/article_??????.html

Corrected Proof

۱ـ مقدمه

روش قالب‌گیری تزریقی سرامیک (CIM) برای تولید قطعات پیچیدهٔ سرامیکی با دقت ابعادی بالا استفاده می‌شود. این روش به‌دلیل این‌که در اکثر موارد به فرایندهایی مثل ماشین‌کاری نیاز ندارد ازلحاظ اقتصادی مقرون‌به‌صرفه است و امکان تولید انبوه را فراهم می‌کند. تحقیقات روی قالب‌گیری تزریقی سرامیک‌ها در دهه‌های گذشته بر انتخاب پودر با ریخت‌شناسی مطلوب (Mannschatz et al., 2011; Merz et al., 2003; Nogueira et al., 1992; Hanemann et al., 2010; Yang et al., 2013; Paul) و انتخاب مواد آلی مناسب به‌عنوان چسب (Lin et al., 1994) متمرکز بوده است.

مراحل روش قالب‌گیری تزریقی شامل اختلاط پودر سرامیکی و چسب، چسب‌زدایی و زینتر نهایی است (Witzleben et al., 2021). هدف از اختلاط پودر سرامیکی و چسب ایجاد مخلوطی همگن و یکنواخت به نام خوراک سرامیکی است. چسب‌ها باعث ایجاد سیالیت در پودر سرامیکی می‌شوند تا فرایند پُرکردن قالب به‌آسانی انجام شود. نسبت اختلاط چسب و پودر سرامیکی بسیار مهم است و معمولاً درصد حجمی پودر سرامیکی در محدودهٔ

۵۰-۷۰ درصد است (Wang & Edirisinghe, 2016) افزایش نسبت پودر سرامیکی به ایجاد تراکم بیشتر در قطعهٔ نهایی منجر می‌شود، اما همین امر باعث ایجاد اشکال در دستگاه قالب‌گیری تزریقی می شود. درمقابل، کاهش نسبت پودر سرامیکی باعث جدایش چسب از پودر سرامیک در حین تزریق، افزایش زمان چسب‌زدایی و همچنین انقباض زیاد در قطعه پس از فرایند زینتر می‌شود (Li et al., 2007; Wang et al., 2016; Witzleben et al., 2021). درصد بهینهٔ نسبت چسب و پودر سرامیکی به حداقل‌شدن انقباض، ممانعت از ایجاد ترک در قطعه و افزایش خواص مکانیکی منجر می‌شود (Roh et al., 2011). بنابراین، در این تحقیق، خواص رئولوژیکی خوراک سرامیکی برای به دست آوردن نسبت بهینهٔ چسب و پودر سرامیکی ارزیابی شد.

رفتار جریان‌یابی خوراک سرامیکی تابعی از سرعت برشی و گران‌روی خوراک است که می توان آن را در معادلهٔ زیر توصیف کرد (Geraman & Bose, 1997):

$$\eta = K\gamma^{n-1} \qquad (۱)$$

در این معادله، η گران‌روی در سرعت برشی γ است، K ثابت و n شاخص رفتار جریانی است. این معادله با نام معادلهٔ قانون توانی[1] شناخته می‌شود و به‌طورکلی برای توضیح وابستگی میان سرعت برشی و گران‌روی استفاده می‌شود.

فرایند چسب‌زدایی از مهم‌ترین مراحل در روش قالب‌گیری تزریقی است. در این مرحله، چسبِ ترکیب‌شده با پودر سرامیکی در دمای تجزیهٔ مناسب (کمتر از ۶۰۰ درجهٔ سلسیوس) از قطعهٔ خام سرامیکی جدا می‌شود و قطعه را برای فرایند زینتر آماده می‌کند. انتخاب دما و زمان مناسب تأثیر بسیار زیادی بر خواص قطعهٔ سرامیکی نهایی خواهد داشت (Thomas-Vielma et al., 2008; Chang et al., 2010).

به‌طورکلی، دو نوع روش قالب‌گیری تزریقی وجود دارد: ۱) قالب‌گیری تزریقی با فشار بالا[2] و ۲) قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین[3]. روش قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین مبتنی بر استفاده از ترکیبات آلی گرمانرم است که در دمای نسبتاً کمتری (۷۰-۹۰ درجهٔ سلسیوس) سیال می‌شوند. جزء اصلی این ترکیب آلی پارافین وکس است که در این دمای کم ذوب می‌شود. ازآنجاکه ترکیبات چسب - سرامیک برپایهٔ پارافین دارای سیالیت بالا هستند، به فشارهای کمتری (۰/۲-۰/۷ مگاپاسکال) برای پرکردن قالب نیاز دارند (Leverkoehne et al., 2001; Quevedo Nogueira et al., 2001). پس از نرم‌شدن پارافین در دمای ۷۰-۹۰ درجهٔ سلسیوس، مخلوط خاصیت پلاستیک خود را به دست می‌آورد و سپس به داخل قالب جریان می‌یابد. وقتی قالب خنک شد، یک بدنهٔ خام جامد از قالب خارج می‌شود. پس از حذف چسب، بدنهٔ سرامیکی به‌منظور دستیابی به استحکام نهایی زینتر می‌شود. بهینه‌سازی این روش امکان تولید قطعات سرامیکی گوناگون را در ابعاد صنعتی فراهم کرد (Bauer et al., 2002; Knitter et. al, 2001; Krindges et al., 2008).

دیرگداز Mg-PSZ (زیرکونیای پایدارشده با منیزیا) به‌دلیل مقاومت در برابر خوردگی، خواص شیمیایی و ترمومکانیکی عالی به یکی از بهترین مواد دیرگداز تبدیل شده است. در این پژوهش، از این ماده استفاده شده و خواص و ویژگی‌های جریان یابی آن در روش قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین بررسی شده است.

هدف از این پژوهش بهینه‌سازی مقدار بار جامد با بررسی رفتار جریان‌یابی آن و همچنین یافتن سیکل حرارتی مناسب برای چسب‌زدایی به‌منظور دستیابی به قطعهٔ زیرکونیایی بدون نقص است.

۲- روش تحقیق

۲-۱. مواد اولیه

برای ساخت بدنه‌های زیرکونیایی، از پودر زیرکونیای مونوکلینیک (Zirconia ZCO-E3,IMERYS fused minerals yingkou) با میانگین اندازهٔ ذرات ۱/۲ میکرومتر و خلوص بیش از ۹۸/۵ درصد (جدول ۱)، پودر منیزیای ذوبی با خلوص ۹۷/۵ درصد (IRP FM 97.5T, IRREP Co., Iran) با دانه‌بندی کوچک‌تر از ۲ میکرومتر، آلومینای با متوسط اندازهٔ ذرات ۱ میکرومتر (99.4% purity, SRM30, Hindalco) و سیلیس با متوسط اندازهٔ ذرات ۰/۵ میکرومتر (خلوص ۹۹/۸۵، سیلیس همدان) استفاده شد. همچنین، در ترکیب چسب از پارافین وکس (پارافین وکس با درصد چربی ۵ درصد، البرز پارافین) و اسید استئاریک (گرید ۱۸۰۱، KLKOLEO) (جدول ۲) استفاده شد.

جدول ۱. مشخصات پودر زیرکونیا

کد زیرکونیا	ZCO-E3
حالت فازی	مونوکلینیک
درصد زیرکونیا (ZrO_2)	بالای ۹۸/۵
درصد کلسیا (CaO)	۰/۰۸
درصد آلومینا (Al_2O_3)	۰/۵۰
درصد سیلیس (SiO_2)	۰/۸۰

1. Power law equation
2. High Pressure Injection Molding
3. Low Pressure Injection Molding

Corrected Proof

درصد اکسید آهن (Fe_2O_3)	۰/۰۸
درصد اکسید تیتانیوم (TiO_2)	۰/۲۲
درصد منیزیا (MgO)	۰/۰۲

جدول ۲. مشخصات و درصد اجزای چسب مورداستفاده

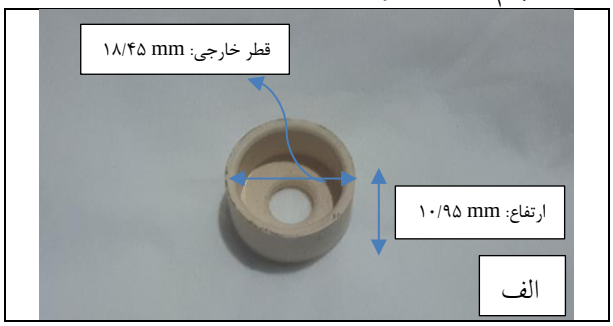
نوع چسب	دمای ذوب (درجهٔ سلسیوس)	درصد وزنی (%)	خاصیت
پارافین وکس	۷۵	۹۷	سیال‌ساز و جداکنندهٔ قطعات تزریق‌شده
اسید استئاریک	۷۵	۳	عامل فعال‌کنندهٔ سطح و کاهش‌دهندهٔ گران‌روی

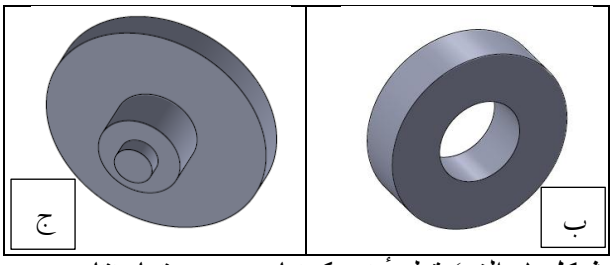
۲-۲. فرایندهای آزمایشگاهی

چگالی کلی و تخلخل ظاهری قطعات به روش ارشمیدس ASTM C134-C135 اندازه‌گیری شد. تصاویر ریزساختار پودر و قطعهٔ بالک زیرکونیا با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی نشر میدانی (FESEM) (مدل MIRA3 ساخت شرکت TESCAN از بنیاد ملی رازی) بررسی شد.

برای دستیابی به تغییرات وزنی در مرحلهٔ چسب زدایی از آنالیز توزین حرارتی (TGA) (مدل Q600، ساخت شرکت TA امریکا از شرکت بیم گستر تابان) استفاده شد.

نمودار هیسترزیس مربوط به توزیع اندازهٔ ذرات با استفاده از نرم‌افزار Image J و Minitab رسم شد. قطعه و قالب موردنظری که بررسی مؤلفه‌ها روی آن انجام شد در شکل ۱ آورده شده است. شکل‌دهی این قطعه با دستگاه قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین (۲/۵ لیتری) ساخت شرکت نوگرا سرام فناور، که در شکل ۲ آورده شده، انجام شده است.





شکل ۱. الف) قطعهٔ زیرکونیایی مرجع تمام نتایج و ب و ج) قالب آلومینیمی قطعهٔ سرامیکی

شکل ۲. دستگاه قالب‌گیری تزریقی با فشار پایین ساخت شرکت نوگرا سرام فناور

۲-۲-۱. نسبت بار جامد

برای دستیابی به خواص قابل‌قبول، میزان بار جامد متفاوت در نظر گرفته شد. بدین‌منظور، ۵۲، ۵۳ و ۵۴ درصد حجمی بار جامد استفاده شد. این درصدهای حجمی در عمل و همچنین در منابع مطالعاتی (Foudzi et al., 2011) تأیید شدند. در ادامه، به بررسی رفتار جریان‌پذیری این خوراک‌ها و همچنین رفتار آن‌ها در هنگام فرایند چسب‌زدایی خواهیم پرداخت.

۲-۲-۲. تهیهٔ خوراک

اولین مرحله، در تهیهٔ خوراک، آماده‌سازی پودر سرامیکی است. بدین‌منظور، ترکیبات زیرکونیا ۹۵/۵ درصد، منیزیا ۲/۲ درصد، آلومینا ۰/۸ درصد و سیلیس ۱/۵ درصد توزین می‌شوند. به‌منظور اختلاط همگن، از بالمیل با گلوله‌های آلومینایی به‌مدت ۳۰ دقیقه صرفاً برای مخلوط‌شدن ذرات پودر و نه برای ریزکردن آن‌ها استفاده شد.

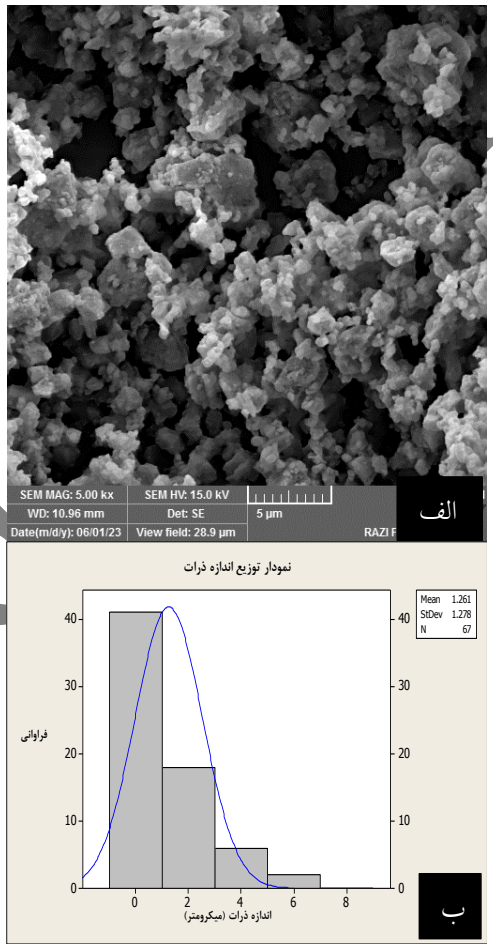
در شکل ۳-الف، تصویر FESEM از ترکیب پودر زیرکونیا پس از فرایند خشکایش ارائه شده است که، با اندازه‌گیری ذرات و رسم نمودار (۳-ب)، میانگین اندازهٔ ذرات ۱/۲۶۱ میکرومتر به دست آمد.

در مرحلهٔ دوم، پودر سرامیکی تهیه‌شده با استفاده از همزن Z-blade (مطابق شکل ۴) در دمای ۱۰۰-۱۲۰ درجهٔ سلسیوس با پارافین مخلوط می‌شود و درنهایت خوراک موردنظر به دست می‌آید. خوراک به‌دست‌آمده خنک می‌شود و قبل از سفت‌شدن کامل به‌صورت دستی

Corrected Proof

به تکه‌های ۰/۵ تا ۱ سانتی‌متری تقسیم و آمادهٔ مرحلهٔ تزریق می‌شود. در هنگام تزریق، این تکه‌ها را داخل مخزن دستگاه تزریق می‌ریزند تا ذوب شوند و از آن برای پرکردن قالب استفاده می‌شود.

رفتار رئولوژی خوراک‌های سه‌گانه (۵۲، ۵۳ و ۵۴ درصد حجمی بار جامد) در دماهای ثابت ۷۰، ۸۰ و ۹۰ درجهٔ سلسیوس توسط دستگاه رئومتر Physica MCR300 (شرکت Anton Paar) بررسی شد.



شکل ۳. (الف) تصویر FESEM از ترکیب پودر زیرکونیا و (ب) نمودار توزیع اندازهٔ ذرات از ترکیب پودر زیرکونیا

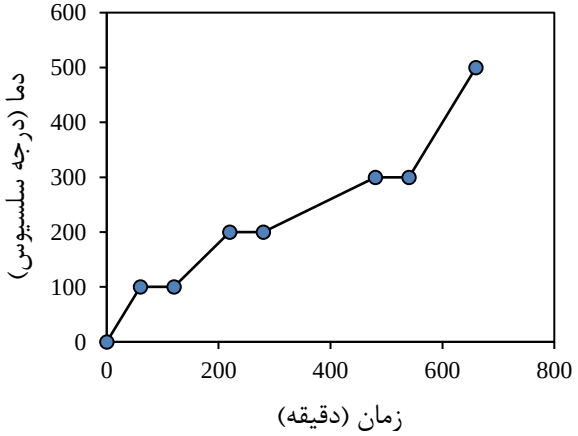
شکل ۴. همزن Z-blade برای ترکیب مخلوط چسب و پودر زیرکونیا

۳-۲-۲. تزریق خوراک

برای تزریق قطعهٔ سرامیکی، خوراک به داخل محفظهٔ دستگاه قالب‌گیری تزریقی منتقل می‌شود و دمای آن بالا برده می‌شود تا مذاب شود (۷۰-۹۰ درجهٔ سلسیوس). سپس، با استفاده از فشار هوا (۰/۲-۰/۷ مگاپاسکال) خوراک به داخل قالب فلزی تزریق می‌شود. با سردشدن قالب، بدنهٔ خام تشکیل‌شده خارج می‌شود.

۴-۲-۲. فرایند چسب‌زدایی

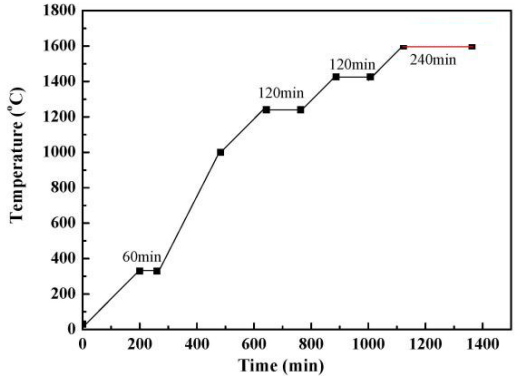
به‌منظور دستیابی به رژیم حرارتی مناسب برای چسب‌زدایی، چند رژیم حرارتی گوناگون با نرخ افزایش دماهای متفاوت اعمال شد. از بین آن‌ها، مناسب‌ترین رژیم حرارتی در تطابق با نمودار TGA و درعمل مطابق با نمودار زیر انتخاب شد (Çetinel et al., 2011; Çetinel & Bauer, 2013; Çetinel, 2013; Gorjan et al., 2014; Zorzi et al., 2003; Gorjan et al., 2012).



شکل ۵. رژیم حرارتی فرایند چسب‌زدایی

۵-۲-۲. زینتر

هدف از انجام فرایند زینتر تبدیل بدنهٔ خام بعد از چسب‌زدایی به بدنهٔ نهایی است. دمای زینتر قطعات زیرکونیایی معمولاً در محدودهٔ ۱۵۵۰-۱۷۰۰ درجهٔ سلسیوس خواهد بود (Rahaman, 2014). با توجه به درصد زیرکونیا در بدنهٔ اصلی که ۹۵/۵ درصد است دمای زینتر آن ۱۶۵۰ درجهٔ سلسیوس انتخاب و در این دما به‌مدت ۴ ساعت نگه داشته شد.



شکل ۶. پروفیل دمایی زینتر قطعات زیرکونیایی

Correc.ed

(Jiang et al., 2016)

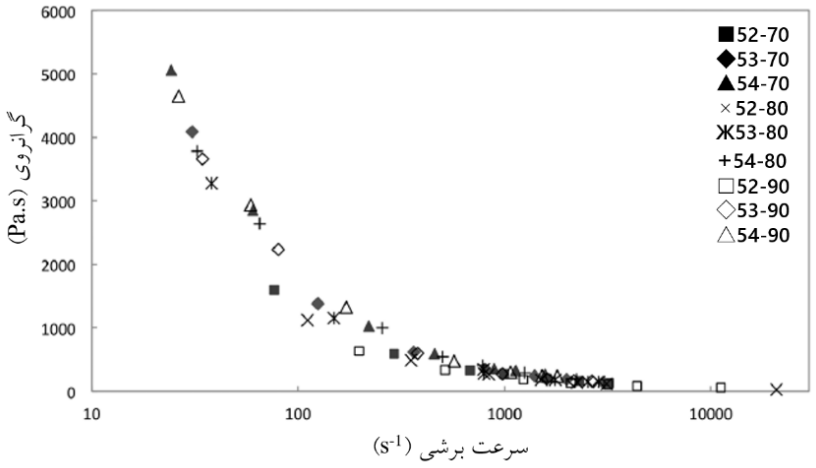
۳- نتایج و بحث

۳-۱. رفتار رئولوژی خوراک به نسبت درصد حجمی بار جامد

نمودار پراکندگی نقطه‌ای، در شکل ۷، رابطهٔ بین گران‌روی و سرعت برشی را در دماهای ۷۰، ۸۰ و ۹۰ درجهٔ سلسیوس نشان می‌دهد. بر طبق این نمودار، گران‌روی به‌شدت تحت‌تأثیر سرعت برشی قرار دارد و میزان این تأثیرگذاری به دما و بار جامد بستگی دارد. بدون در نظر گرفتن بار جامد، گران‌روی با افزایش سرعت برشی کاهش می‌یابد و این نشان‌دهندهٔ رفتار رقیق‌شونده (Shear Thining) بوده که مخصوص سیالات از نوع شبه‌پلاستیک است (Ahn et al., 2009).

در ترکیب پودر سرامیکی – چسب، هیچ‌گونه جداسازی اتفاق نیفتاد؛ زیرا در نمودار جریان دیلاتانت مشاهده نشد. با توجه به نمودار خوراک ذوب‌شده با بار جامد ۵۲ درصد، در تمام سرعت‌های برشی و دماهای گوناگون دارای کمترین گران‌روی بوده و جریان‌پذیری بهتری از دو ترکیب دیگر در فرایند قالب‌گیری تزریقی نشان خواهد داد. البته، دو ترکیب با بار جامد ۵۳ درصد و ۵۴ درصد نیز مقادیر گران‌روی کمتر از ۱۰۰۰ Pa.s را نشان می‌دهند و در محدودهٔ گران‌روی مناسبی برای قالب‌گیری تزریقی هستند.

جدول ۳ نسبت گران‌روی و سرعت برشی خوراک‌های زیرکونیا را به‌صورت عددی نشان می‌دهد. سرعت برشی در روش قالب‌گیری تزریقی در محدودهٔ s^{-1} ۱۰۰-۱۰۰۰ متغیر است. برای تزریق مناسب به گران‌روی کمتر از ۱۰۰۰ Pa.s نیاز است (German & Bose, 1997). در سرعت برشی s^{-1} ۱۰۰۰ برای هر سه ترکیب خوراک (۵۲، ۵۳ و ۵۴ درصد) و در دماهای گوناگون ویسکوزیتهٔ زیر ۱۰۰۰ Pa.s به دست آمد. بنابراین، تمامی خوراک‌ها برای فرایند قالب‌گیری تزریق مناسب هستند.



شکل ۷. رابطهٔ بین گران‌روی و سرعت برشی در دماهای گوناگون

جدول ۳. تغییرات گران‌روی در خوراک زیرکونیا در دماها و سرعت‌های برشی گوناگون

بار جامد (%)	دمای خوراک (درجهٔ سلسیوس)	سرعت برشی (s^{-1})		
		۲۴۰	۵۰۵۰۰۰	۱۰۰۰
۵۲	۷۰	۷۰۵	۴۳۲	۲۷۲
	۸۰	۶۷۱	۳۹۴	۲۳۸
	۹۰	۵۲۳	۳۳۲	۲۱۷
۵۳	۷۰	۸۷۱	۵۰۸	۳۰۵
	۸۰	۸۱۱	۴۷۳	۲۸۵
	۹۰	۸۷۷	۵۰۳	۲۹۸
۵۴	۷۰	۹۸۲	۵۷۶	۳۴۸
	۸۰	۹۶۳	۵۶۶	۳۴۲
	۹۰	۹۶۶	۵۶۰	۳۳۵

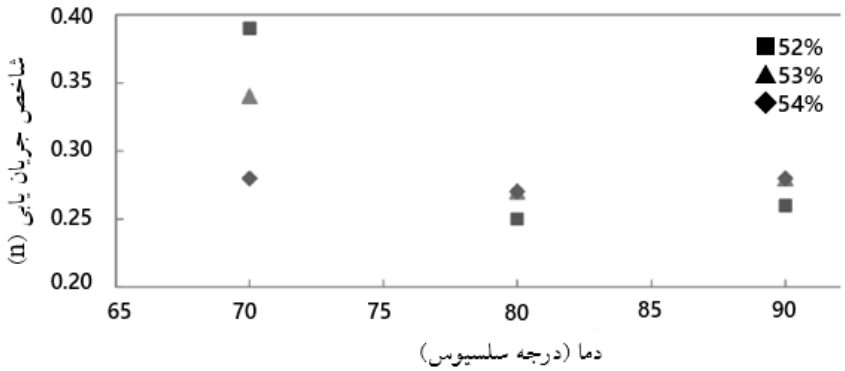
شاخص جریان‌یابی (n) حساسیت خوراک را در مقایسه با تنش برشی نشان می‌دهد (Khakbiz et al., 2005). اگر میزان این شاخص کمتر از ۱ باشد، خوراک ذوب‌شده رفتار شبه‌پلاستیک از خود نشان می دهد و، اگر این مقدار بیش از ۱ باشد، رفتار خوراک دیلاتانت خواهد بود. مقادیر کمتر n نشان‌دهندهٔ رفتار

Corrected proof

شبه‌پلاستیک بیشتر و حساسیت بیشتر گران‌روی به تنش برشی است (Jamaludin et al., 2011). عیوبی مانند ترک‌ها و حفره‌ها معمولاً به‌دلیل حساسیت بالای خوراک به برش (n کوچک) در هنگام قالب‌گیری تزریقی رخ می‌دهد (Maca et al., 2002).

شکل ۸ شاخص جریان‌یابی خوراک‌های زیرکونیا را در دماهای گوناگون نشان می‌دهد؛ توان معادلهٔ توانی n را نشان می‌دهد که آن هم نشان‌دهندهٔ نوع رفتار سیال و حساسیت گران‌روی به سرعت برشی است. مقادیر n برای همهٔ خوراک‌های زیرکونیا، که در سرعت برشی $1000\ s^{-1}$ محاسبه شده‌اند، نسبتاً کم است و با توجه به دماهای آزمایش از ۰/۲۵ تا ۰/۳۹ (کمتر از ۱) متغیر است.

خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی در دمای ۷۰ درجه از دو خوراک دیگر حساسیت بالاتری به برش نشان می‌دهد، درحالی‌که دو ترکیب ۵۲ و ۵۳ درصد حجمی بار جامد در دماهای ۸۰ و ۹۰ درجهٔ سلسیوس به همان اندازه به برش حساسیت داشتند. دلیل این مسئله به مقدار بیشتر چسب در این دو ترکیب در مقایسه با ترکیب ۵۴ درصد حجمی بار جامد برمی‌گردد. از نظر حساسیت به سرعت برشی، خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد به‌وضوح بهترین خوراک را نشان داد.



شکل ۸. شاخص جریان‌یابی خوراک‌های زیرکونیا در دماهای گوناگون

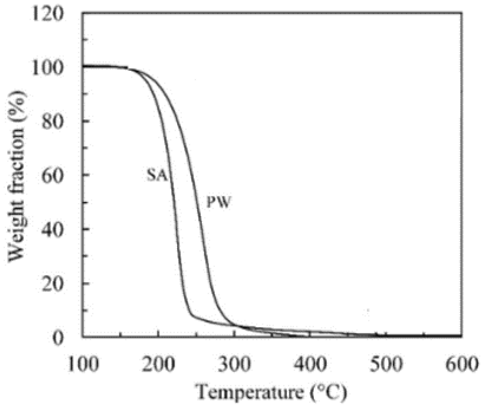
۲-۳. تأثیر درصد حجمی بار جامد بر عملیات چسب زدایی

فرایند چسب‌زدایی قطعات تزریق‌شده به ۳ روش گوناگون انجام می‌شود:

۱) حرارتی
۲) با استفاده از حلال
۳) با استفاده از کاتالیست

چسب‌زدایی حرارتی مرسوم‌ترین این روش‌ها است. در این روش، حذف چسب باید با سرعت کم انجام شود تا قطعهٔ سرامیکی تحت تنش‌های ناشی از خروج چسب دچار ترک و درنهایت تخریب نشود (Trunec & Cihlář, 1997). به‌منظور جلوگیری از اتفاقات مخرب، فرایند چسب‌زدایی قطعهٔ سرامیکی در بستر یک جاذب انجام می‌شود. بدین‌ترتیب که بدنه‌های تزریق‌شده در بستر پودر غوطه‌ور می‌شود و، با استفاده از نیروهای موئین، چسب ابتدا توسط پودر جذب و درنهایت در دماهای بالاتر تبخیر می‌شود (Tafti et al., 2021).

در شکل ۹ نمودار TGA برای پارافین وکس و اسید استئاریک آورده شده است. در محدودهٔ دمایی ۱۵۰-۳۰۰ درجهٔ سانتی‌گراد بیش از ۹۰ درصد از ترکیب چسب حذف می‌شود و در این محدوده کنترل دمای چسب‌زدایی برای جلوگیری از ایجاد هرگونه ترک در قطعه امری ضروری است.



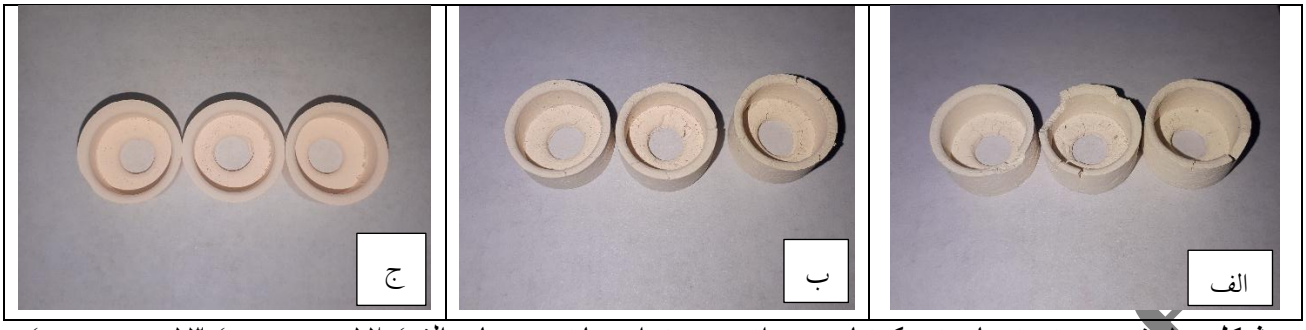
شکل ۹. نمودار TGA برای ترکیب چسب؛ PW: پارافین وکس و SA: اسید استئاریک

در محدودهٔ دمایی ۱۰۰ تا ۲۰۰ درجهٔ سلسیوس، افزایش دما با نرخ ۰/۸ درجهٔ سلسیوس بر دقیقه انجام شد. همچنین، در محدودهٔ حساس ۲۰۰ تا ۳۰۰ درجهٔ سلسیوس که بیشترین مقدار چسب در این محدوده خارج می‌شود، نرخ حرارتی افزایش دما ۰/۵ درجهٔ سلسیوس بر دقیقه انتخاب شد.

بر طبق شکل ۱۰، در بین نمونه‌های با ۵۲، ۵۳ و ۵۴ درصد حجمی بار جامد، تنها نمونه‌های مربوط به خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد (۱۰-ج) بدون هیچ‌گونه مشکلی چسب‌زدایی شد. با افزایش نسبت بار جامد در خوراک تهیه‌شده، فرایند چسب‌زدایی با کیفیت بالاتری انجام می‌شود و این امر به‌دلیل خروج

Corrected Proof

مقادیر زیاد چسب از بدنهٔ تزریق‌شده در نمونه‌های با ۵۲ و ۵۳ (الف و ب) درصد حجمی بار جامد است.



شکل ۱۰. تصویر نمونه‌های زیرکونیایی پس از چسب‌زدایی با نسبت جامد الف) ۵۲ درصد، ب) ۵۳ درصد و ج) ۵۴ درصد

۳-۳. خواص فیزیکی بدنهٔ نهایی

خواص قطعهٔ زیرکونیایی ساخته‌شده با خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد نظیر چگالی خام (قطعهٔ تزریق‌شده)، چگالی قطعهٔ زینترشده، تخلخل ظاهری و انقباض خطی اندازه‌گیری شد (جدول ۴). با توجه به جذب آب نزدیک به صفر قطعه زیرکونیایی و وجود ۱۸/۵ درصد تخلخل ظاهری، درصد تخلخل باز در قطعه نزدیک به صفر است و همهٔ حجم تخلخل‌ها به تخلخل بسته تعلق دارد. همچنین، درصد انقباض خطی نمونه‌ها حدود ۱۹ درصد است که برای قطعات بزرگ به‌منظور جلوگیری از ترک باید نمودار حرارتی زینتر با شیب کمتری دنبال شود. به‌خصوص که در قطعات زیرکونیایی در محدودهٔ دمایی ۱۲۴۰-۱۰۰۰ درجهٔ سلسیوس تغییر حجم ناگهانی ۴/۵ درصد مشاهده شده که در این محدوده سرعت افزایش دما باید حداکثر ۹۰ درجهٔ سلسیوس بر ساعت باشد (Jiang et al., 2016; Yoon et al., 2014). چگالی قطعهٔ زینترشده ۴/۵۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب به دست آمد و این عدد مشابه قطعهٔ ساخته‌شده به‌عنوان بوتهٔ سرامیکی (کد ۳۰۰۱) قابل استفاده در صنایع ذوب و ریخته‌گری سوپرآلیاژ های پایه نیکل است (Zircoa co.)[1].

جدول ۴. خواص فیزیکی بدنهٔ ساخته‌شده از خوراک ۵۴ درصد حجمی بار جامد

چگالی بالک قطعهٔ تزریق‌شده (g/cm^3)	۳/۴۵ ± ۰/۲
چگالی بالک قطعهٔ زینترشده (g/cm^3)	۴/۵۰ ± ۰/۲
درصد جذب آب	۰/۱
درصد تخلخل ظاهری	۱۸/۵ ± ۰/۵
درصد انقباض خطی	۱۸/۸ ± ۰/۵

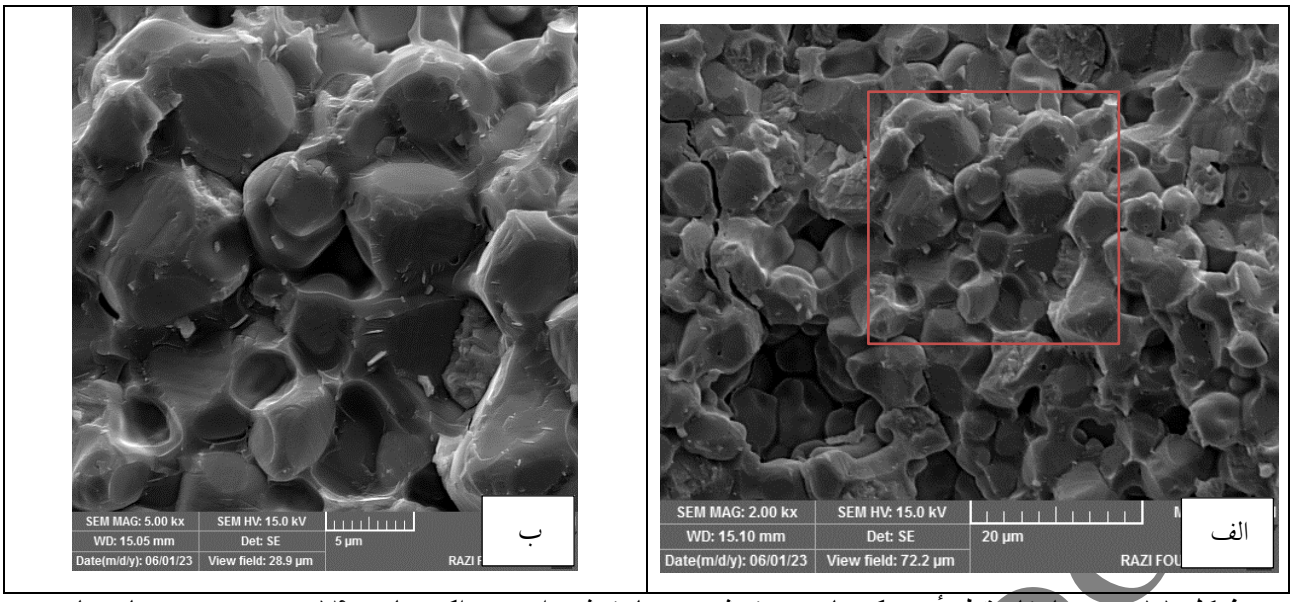
۴-۳. بررسی ریزساختاری

در شکل ۱۱، ساختار قطعهٔ زیرکونیایی زینترشده و ساخته‌شده از خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد در دمای ۱۶۵۰ درجهٔ سلسیوس به‌مدت ۴ ساعت، قابل مشاهده است. تصویر الف نشان می‌دهد که به‌کمک تشکیل فاز مذاب (ترکیب منیزیا، آلومینا، سیلیس) در فرایند زینتر و تشکیل مناطق گلویی‌شدن (مناطق قرمز رنگ در تصویر ب) ذرات زیرکونیا در کنار هم قرار می‌گیرند و اتصال محکمی برقرار می‌کنند. حضور منیزیا با ایجاد فاز انتقالی شیشه‌ای باعث آرایش بهتر، فشردگی مؤثرتر ذرات و بهبود چگالی می‌شود.

متوسط اندازهٔ ذرات قطعهٔ زیرکونیایی ۶ میکرون و متوسط اندازهٔ تخلخل آن ۵/۵ میکرون توسط نرم‌افزار Image J به دست آمد.

1. http://zircoa.com/product.coarse.grain/crucible.zirconia.html

Corrected Proof



شکل ۱۱. ریزساختار قطعهٔ زیرکونیایی زینترشده و ساخته‌شده از خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد

۴- نتیجه‌گیری

در این مقاله، بهینه‌سازی درصد حجمی خوراک زیرکونیا با انتخاب درصدهای حجمی بار جامد ۵۲، ۵۳ و ۵۴ بررسی شد. برای این کار، از دو مسیر، رفتار جریان‌یابی با مطالعهٔ روی گران‌روی و سرعت برشی و هچنین بررسی رفتار چسب‌زدایی خوراک‌های گوناگون داده‌ها بررسی شد. براساس این داده‌ها، خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد به‌عنوان بهترین خوراک از نظر رفتار جریان‌یابی و همچنین رفتار چسب‌زدایی انتخاب شد. با وجود این‌که تمامی خوراک‌ها ازلحاظ قابلیت تزریق‌پذیری تأیید شدند، رفتار جریان‌یابی خوراک حاوی ۵۴ درصد حجمی بار جامد حساسیت کمتری به برش از خود نشان داد. درخصوص رفتار چسب‌زدایی نیز دو خوراک حاوی ۵۲ و ۵۳ درصد حجمی بار جامد در پروفیل حرارتی انتخاب‌شده برای چسب‌زدایی دچار ترک و نمونه‌های این دو خوراک تخریب شدند.

بدنهٔ زینترشده زیرکونیایی دارای چگالی بالک ۴/۵۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب و درصد تخلخل ظاهری ۱۸/۵ است. این قطعه با خواصی که دارد برای بوته‌های سرامیکی با کاربرد ذوب و ریخته‌گری سوپرآلیاژ های پایهٔ نیکل مناسب است.

۵- سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله از شرکت نوگرا سرام فناور، به‌دلیل استفاده از امکانات آزمایشگاهی آن، کمال قدردانی را دارند.

منابع

Ahn, S., Park, S. J., Lee, S., Atre, S. V., & German, R. M. (2009). Effect of powders and binders on material properties and molding parameters in iron and stainless steel powder injection molding process. *Powder Technology*, *193*(2), 162-169. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2009.03.010

Bauer, W., & Knitter, R. (2002). Development of a Rapid Prototyping Process Chain for the Production of Ceramic Microcomponents. *Journal of Materials Science*, *37*, 3127-3140. https://doi.org/10.1023/A:1016150126206

Çetinel, F., Bauer, W., Knitter, R., & Haußelt, J. (2011). Factors affecting strength and shape retention of zirconia micro bending bars during thermal debinding. *Ceramics International*, *37*(7), 2809-2820. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.04.076

Çetinel, F. A., & Bauer, W. (2013). Ceramic micro parts, Part 1: How thermal debinding can be utilized to enhance surface finish and mechanical properties. *Journal of the European Ceramic Society*, *33*(15), 3123-3134. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.022

Çetinel, F. (2013). Ceramic micro parts, Part 2: Process-related factors influencing surface finish and shape retention during thermal debinding. *Journal of the European Ceramic Society*, *33*, 3135-3144. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.019

Corrected Proof

Khakbiz, M., Simchi, A., & Bagheri, R. (2005). Investigation of rheological behaviour of 316L stainless steel–3 wt-%TiC powder injection moulding feedstock. *Powder Metallurgy*, *48*(2), 144-150. https://doi.org/10.1179/003258905X37747

Knitter, R., Bauer, W., Göhring, D., & Haußelt, J. (2001). Manufacturing of Ceramic Microcomponents by a Rapid Prototyping Process Chain. *Advanced Engineering Materials*, *3*(1-2), 49-54. https://doi.org/10.1002/1527-2648(200101)3:1/2%3C49::AID-ADEM49%3E3.0.CO;2-H

Krindges, I., Andreola, R., Perottoni, C. A., & Zorzi, J. E. (2008). Low-Pressure Injection Molding of Ceramic Springs. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, *5*(3), 243-248. https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2008.02226.x

Leverkoehne, M., Coronel-Hernandez, J., Janssen, R., Claussen, N., Dirscherl, R., & Gorlov, I. (2001). Novel Binder System Based on Paraffin-Wax for Low-Pressure Injection Molding of Metall–Ceramic Powder Mixtures. *Advanced Engineering Materials*, *3*, 995-998. http://dx.doi.org/10.1002/1527-2648(200112)3:12%3C995::AID-ADEM995%3E3.0.CO;2-D

Li, Y., Li, L., & Khalil, K. A. (2007). Effect of powder loading on metal injection molding stainless steels. *Journal of Materials Processing Technology*, *183*(2), 432-439. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.10.039

Maca, K., Trunec, M., & Cihlar, J. (2002). Injection moulding and sintering of ceria ceramics. *Ceramics International*, *28*(3), 337-344. https://doi.org/10.1016/S0272-8842(01)00100-6

Mannschatz, A., Müller, A., & Moritz, T. (2011). Influence of powder morphology on properties of ceramic injection moulding feedstocks. *Journal of the European Ceramic Society*, *31*(14), 2551-2558. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.01.013

Merz, L., Rath, S., Piotter, V., Ruprecht, R., & Haußelt, J. (2003). Advanced Materials for Micro Powder Injection Molding. In *Materials Science Forum* (Vol. 426, pp. 4227-4232). Trans Tech Publications Ltd., Zurich-Uetikon, Switzerland.

Cheng, J., Wan, L., Cai, Y., Zhu, J., Song, P., & Dong, J. (2010). Fabrication of W–20wt.%Cu alloys by powder injection molding. *Journal of Materials Processing Technology*, *210*(1), 137-142. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.08.001

Foudzi, F. M., Muhamad, N., Sulong, A. B., & Zakaria, H. (2011). Flow Behavior Characteristic for Injection Process Using Nano-Yttria Stabilized Zirconia for Micro Metal Injection Molding (µMIM). *Applied Mechanics and Materials*, *44*, 480-484. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.44-47.480

German, R. M., & Bose, A. (1997). Injection molding of metals and ceramics. *Powder Metallurgy*, *42*, 157-160. https://www.worldcat.org/title/injection-molding-of-metals-and-ceramics/oclc/301593484

Gorjan, L., Dakskobler, A., & Kosmač, T. (2012). Strength Evolution of Injection-Molded Ceramic Parts During Wick-Debinding. *Journal of the American Ceramic Society*, *95*(1), 188-193. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04872.x

Gorjan, L., Kosmač, T., & Dakskobler, A. (2014). Single-step wick-debinding and sintering for powder injection molding. *Ceramics International*, *40*, 887-891. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.06.083

Hanemann, T., Hanemann, T., Heldele, R., Mueller, T., & Hausselt, J. (2011). Influence of Stearic Acid Concentration on the Processing of ZrO2 Containing Feedstocks Suitable for Micropowder Injection Molding. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, *8*(4), 865-872. https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2010.02519.x

Jamaludin, K. R., Muhamad, N., Abolhasani, H., Murthadha, H., & Rahman, M. N. A. (2011). An Influence of a Binder System to the Rheological Behavior of the SS316L Metal Injection Molding (MIM) Feedstock. *Advanced Materials Research*, *264*, 554-558. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.264-265.554

Jiang, L., Guo, S., Bian, Y., Zhang, M., & Ding, W. (2016). Effect of sintering temperature on mechanical properties of magnesia partially stabilized zirconia refractory. *Ceramics International*, *42*(9), 10593-10598. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.03.136

Corrected Proof

Witzleben, M. V., & Moritz, T. (2021). Ceramic Injection Molding, in Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, M. Pomeroy, Editor., Elsevier: Oxford. p. 179-188. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00072-2

Yang, X., Jia, C., Xie, Z., Liu, W., & Liu, Q. (2012). Water-Soluble Binder System Based on Poly-Methyl Methacrylate and Poly-Ethylene Glycol for Injection Molding of Large-Sized Ceramic Parts. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, *10*(2), 339-347. https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2011.02745.x

Yoon, S., Van Tyne, C. J. & Lee, H. (2014). Effect of alumina addition on the microstructure and grain boundary resistance of magnesia partially-stabilized zirconia. *Current Applied Physics*, *14*(7), 922-927. https://doi.org/10.1016/j.cap.2014.04.010

Zorzi, J., Perottoni, C., & Jornada, J. (2003). A new Partially Isostatic Method for Fast Debinding of low-Pressure Injection Molded Ceramic Parts. Materials Letters-MATER LETT, 57, 3784-3788. https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00179-4

https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.426-432.4227

Nogueira, R. E. F. Q., Edirisinghe, M. J., & Gawne, D. T. (1992). Selection of a powder for ceramic injection moulding. *Journal of Materials Science*, *27*(23), 6525-6531. https://doi.org/10.1007/BF00576307

Paul Lin, S. T., & German, R. M. (1994). The influence of powder loading and binder additive on the properties of alumina injection-moulding blends. *Journal of Materials Science*, *29*(20), 5367-5373. https://doi.org/10.1007/BF01171549

Quevedo Nogueira, R. E. F., Bezerra, A. C., dos Santos, F. C., Sousa, M. R. D., & Acchar, W. (2001). Low-Pressure Injection Molding of Alumina Ceramics Using a Carnauba Wax Binder: Preliminary Results. Key Engineering Materials, *189*, 67-72. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.189-191.67

Rahaman, M. N. (2014). Ceramic Processing, in Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. p. 1-98. https://doi.org/10.1201/9781315274126

Roh, J. Y., Kwon, J., Lee, C. S., & Choi, J. S. (2011). Novel fabrication of pressure-less sintering of translucent powder injection molded (PIM) alumina blocks. *Ceramics International*, *37*(1), 321-326. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.09.011

Tafti, A. A., Demers, V., Majdi, S. M., Vachon, G., & Brailovski, V. (2021). Effect of Thermal Debinding Conditions on the Sintered Density of Low-Pressure Powder Injection Molded Iron Parts, *11*(2), 264. https://doi.org/10.3390/met11020264

Thomas-Vielma, P., Cervera, A., Levenfeld, B., & Várez, A. (2011). Production of alumina parts by powder injection molding with a binder system based on high density polyethylene. *Journal of the European Ceramic Society*, *28*(4), 763-771. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.08.004

Trunec, M., & Cihlář, J. (1997). Thermal debinding of injection moulded ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, *17*(2), 203-209. https://doi.org/10.1016/S0955-2219(96)00108-2

Wang, J., & Edirisinghe, M. J. (2016). Ceramic Injection Molding. http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.03574-8

Corrected Proof