



سنتز و بررسی خواص سیستم بایندری بر پایه پلی اتیلن اکساید به منظور تولید قطعات با دانسیته بالا آلیاژ 316L به کمک روش قالب گیری تزریقی پودر فلزی

مسعود مرادجو¹، حمید خرسند^{2*}

1- دکترا، رشته مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

2- دانشیار، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

* تهران، صندوق پستی 1969764499، hkhorsand@kntu.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: 6 شهریور 1400

داوری اولیه: 28 مهر 1400

پذیرش: 15 آبان 1400

کلیدواژگان:

قالب گیری تزریقی

پودر فلزی

بایندر پلیمری

پلی اتیلن اکساید

تف جوشی

یکی از روش‌های شکل دهی در مهندسی پودر روش قالب گیری تزریقی پودر فلزات می‌باشد. تلفیق روش قالب گیری مرسوم در تزریق پلاستیک با استفاده از پودر فلزات موجب پیشرفت‌های قابل ملاحظه‌ای در نحوه و کیفیت تولید قطعات حساس و پیچیده در صنایع مختلف شده است. در این روش پودر با یک مجموعه ماده پلیمری مخلوط می‌شود و یک توده قابل تزریق به وجود می‌آید که آن را فیداستوک می‌نامند. فیداستوک حاصل را توسط ماشین‌های تزریق فلزی، تزریق می‌شود و قطعه بایندر زدایی می‌شود. قطعه چسب‌زدایی شده به منظور افزایش استحکام و خواص مکانیکی توسط کوره‌هایی با اتمسفر کنترل شده تحت فرایند تف‌جوشی قرار می‌گیرد. در این پژوهش ابتدا ترکیب بهینه بایندر به منظور تولید قطعات صنعتی به منظور بایندرزدایی سریع و در دماهای کم به منظور کاهش مجموع هزینه‌های تولید سنتز و پس از تزریق خواص قطعه نهایی مورد بحث و بررسی قرار گرفته است. مهمترین ویژگی ترکیب بایندر صنعتی در تولید قطعات مختلف توانایی بالای آن در حذف سریع و بدون ایجاد ترک و تاول در قطعه نهایی می‌باشد، ضمن اینکه اجزای سازنده بایندر بهینه می‌بایست در دسترس بوده و رفتار تف جوشی مناسبی از خود نشان دهد. بر اساس نتایج بدست آمده بایندر چهار جزئی سنتز شده که بر مبنای پلی اتیلن اکساید است ضمن کاهش قیمت نهایی قطعات به خوبی طی فرایند بایندرزدایی حلالی در حلال‌های آلی و سپس بایندر زدایی حرارتی حذف شده و نرخ آهسته خروج آن طی مراحل تف جوشی از ایجاد ترک و تاول در قطعه نهایی جلوگیری کرده است.

Synthesis and Investigation of Properties of Polyethylene Oxide Bonding System for Production of High Density 316L Alloy Parts by Metal Injection Molding

Masoud Moradjoy, Hamid Khorsand*

Faculty of Material Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

* P.O.B. 1969764499 Tehran, Iran, hkhorsand@kntu.ac.ir

Article Information

Original Research Paper
Received: 28 August 2021
First Decision: 20 October 2021
Accepted: 6 November 2021

Keywords:

Metal Injection Molding
Metal Powder
Polymeric Binder
PEO
Sintering

Abstract

The one forming method in powder engineering is the injection molding method of metal powders. The combination of conventional molding methods in plastic injection and using metal powders has led to significant improvements in the quality of production of sensitive and complex parts in various industries. In this method, the metal powder is mixed with a set of polymeric materials and an injectable mass is formed, which is called feedstock. The resulting feedstock is injected by metal injection machines and the binder part is removed. The de-adhesive part is subjected to a sintering process by controlled atmosphere furnaces to increase its strength and mechanical properties. In this research, first, the optimal binder composition for the production of industrial parts is created. In this research de-binding of a polymeric component at low temperatures is applied to reduce the total production costs of synthesis and after injection of the properties of the final part was discussed. The most important feature of industrial binder composition in the production of various parts is its high ability to remove quickly and without creating cracks and blisters in the final part, while the components of the optimal binder must be available and show good sintering behavior. Based on the results, a four-component binder based on polyethylene oxide has been synthesized, while reducing the final price of the parts, it has been removed well during the solvent and thermal descaling process and its slow release rate during cracking have prevented cracks and blisters in the final parts.

1- مقدمه

می‌شد [1]. اما فلزات و سرامیک‌ها دارای خواص ویژه و برتری نسبت به ترموپلاستیک‌ها از جمله استحکام، سختی، خواص الکتریکی، مغناطیسی و حرارتی هستند که مواد پلیمری فاقد این خواص می‌باشند [2]. بنابراین تکنولوژی‌های تزریق ماده و

قالب‌گیری تزریقی روشی کاربردی برای شکل‌دهی قطعات با دقت ابعادی و پیچیدگی شکل بالا می‌باشد. در گذشته از این فرایند فقط برای شکل‌دهی پلیمرهای ترموپلاست استفاده

Please cite this article using:

M. Moradjoy, H. Khorsand, Synthesis and Investigation of Properties of Polyethylene Oxide Bonding System for Production of High Density 316L Alloy Parts by Metal Injection Molding, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 8, No. 8, pp. 60- 69, 2021 (in Persian)

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

و سایر پژوهش‌های مشابه متغیر و پارامترهای تزریق به خوبی بررسی شده است اما پژوهش مجزایی در خصوص سیستم‌های پیوند دهنده در سیستم‌هایی به غیر از پارافین وکس صورت نگرفته است. معمولاً پیوند دهنده‌ها مخلوط‌هایی از ترکیبات آلی هستند که جز اصلی در آن‌ها وکس‌ها، موم‌های طبیعی یا پلیمرهای مصنوعی می‌باشند. البته مواد دیگری نیز جهت اصلاح خواص پیوند دهنده‌ها ممکن است به ترکیب آن‌ها اضافه شوند [13]. در حال حاضر تعداد زیادی ترکیب بایندر در دسترس وجود دارد که برای انجام فرایند تزریق پودر فلزی مورد استفاده قرار می‌گیرند. اما از آنجاییکه هیچ سیستم بایندری کامل نیست، انتخاب یک سیستم بایندر مناسب جهت فرایند تزریق پودر فلزی از اهمیت بالایی برخوردار است [14].

به طور کلی بایندر باید دارای دو ویژگی اصلی باشد. اول اینکه یک ترکیب با روانروی مناسب از ذرات جهت فرایند قالب‌گیری فراهم کند، و دوم اینکه از جدایش ذرات پودر در آماده‌سازی فیداستوک و قالب‌گیری جلوگیری کند [15]. بدین منظور پارافین وکس خالص نمی‌تواند به تنهایی مورد استفاده قرار گیرد، به همین دلیل بیش‌تر بایندها شامل حداقل دو ترکیب بر پایه پارافین وکس هستند. افزودن ترکیبات پلیمری سبب افزایش ویسکوزیته می‌شود [16]. علاوه بر این بسیاری از پلیمرهای افزودنی مانند سورفکتانت‌ها به منظور کاهش انرژی فصل مشترک پودر فلزی و بایندر در سیستم‌های بایندری به کار گرفته می‌شوند [17]. معمولاً پلی‌اتیلن و پلی‌پروپیلن به‌عنوان بایندر اولیه به کار گرفته می‌شوند تا شکل ترکیب بعد از قالب‌گیری تزریقی حفظ شود و اضافه کردن استیک اسید سبب افزایش ترشوندگی پودر به وسیله کاهش انرژی سطحی فصل مشترک بایندر- پودر می‌شود [18].

بایندها معمولاً دارای سه جز هستند: پلیمر اصلی که مهمترین جز بایندر است و استحکام را فراهم می‌کند، فاز پرکننده که در مراحل نخست بایندر زدایی حذف می‌شود و ماده سطحی‌ساز که انرژی سطحی بین بایندر و پودر فلزی را کاهش داده و باعث کاهش میزان گرانشی فیداستوک می‌شود [19]. به صورت یک دسته‌بندی کلی، پنج نوع سیستم بایندری در فرایند قالب‌گیری تزریقی پودر فلز می‌تواند به کار برده شود و عبارتند از: ترکیبات ترموپلاستیک، ترکیبات ترموست، سیستم‌های پایه آبی، سیستم‌های ژلاتینی و سیستم‌های غیر ارگانیک. سیستم‌های غیرارگانیک معمولاً به ندرت مورد استفاده قرار می‌گیرند که نمک‌های کریستاله شده (ترکیبات یون فلزی که از سدیم کلرید در نیترات آهن به‌دست آمده‌اند) از آن قبیل هستند

همچنین دانش متالورژی پودر با یکدیگر ترکیب شده و تکنولوژی به نام قالب‌گیری تزریقی پودر فلزی به وجود آمد [3]. در این فرایند ابتدا بایندر که ترکیبی از دو یا چند پلیمر پرکننده، و یک ماده سطحی‌ساز می‌باشد ساخته می‌شود [4]. سپس در دمای کنترل شده، با درصدی از پودر آلیاژ فلزی ترکیب و در نتیجه خوراک اولیه تزریق با همان فیداستوک به‌دست می‌آید. فیداستوک تولید شده قابلیت تزریق درون قالب با شرایطی تقریباً مشابه فرایند شرایط فرایند تزریق پلاستیک را دارد [5]. قالب قطعه که بسیار شبیه به قالب تزریق پلاستیک است، متناسب با قطعه نهایی ساخته شده و تحت شرایط ویژه تزریق، قطعه‌ی خام را به وجود می‌آورد [6]. در مرحله بعد، بایندر زدایی به وسیله فرایندهای حرارتی یا شیمیایی و همچنین در برخی موارد به صورت فرایندهای ترکیبی انجام می‌شود. در این مرحله بایندر از پودر فلزی جدا می‌شود تا قطعه‌ی بایندرزدایی شده به دست آید [7]. در مرحله بعد به منظور رسیدن به چگالی مورد نظر و استحکام مناسب، قطعه در کوره‌ی مخصوص و تحت اتمسفر کنترل شده حرارت داده می‌شود تا فرایند تف جوشی رخ دهد [8]. پس از این مرحله قطعه‌ی نهایی به‌دست خواهد آمد که بدون هیچگونه عملیات تکمیلی قابل استفاده خواهد بود.

در این فرایند تلاش می‌شود تا چگالی قطعه به چگالی نظری آلیاژ نزدیک‌تر شود و در نتیجه خواص مکانیکی مطلوب به‌دست آید [9، 10]. تمامی قطعات بیومکانیکی در صنایع ظریف پزشکی، دندان‌پزشکی و جراحی که نیاز به استحکام، مقاومت در برابر خوردگی، شرایط سطحی و سازگاری محیطی خوب هستند و همچنین قطعات حساس الکترونیک، هوافضا، قطعات حساس نظامی و صنعت خودروسازی توسط این فرایند ساخته می‌شوند. ترکیب بایندر و پیوند دهنده‌ها در تولید قطعات تزریقی بسیار مهم و بحرانی است، تا اندازه‌ای که ترکیب دقیق و چگونگی فرایند هنوز یکی از رازهای تولیدکنندگان است [11].

در پژوهشی که توسط مومنی و همکاران انجام شده است [12]، تأثیر متغیرهایی مانند دمای تزریق، فشار تزریق، دمای قالب، فشار نگهداری بر خواص مکانیکی و چگالی قطعات تزریق شده از جنس فولادهای کم آلیاژی 4605 مورد بررسی قرار گرفته است. بر این اساس فشار، دما و سرعت تزریق رابطه مستقیم با افزایش چگالی و استحکام قطعه نهایی داشته است، با این حال افزایش دمای رابطه معکوس با بهبود خواص قطعه را نشان می‌دهد. همچنین فشار و زمان نگهداری در زمان تزریق تأثیری زیادی بر خواص نداشته‌اند. همچنان که در این پژوهش

جدول 1 ترکیب شیمیایی پودر فلزی بر حسب درصد وزنی.

Table 1 Chemical composition of metal powder in terms of weight percentage

عنصر	Si	Cr	Ni	Mn	Mo	C	O	Fe
بالانس	0/91	16/8	12/7	0/07	2/35	0/01	0/04	

چگالی پودر اولیه $7/9 \text{ g/cm}^3$ و اندازه متوسط سایز ذرات آن 20 میکرومتر اندازه گیری شد. به منظور ساخت بایندر اولیه از نسبت مشخصی از پلی اتیلن اکساید 60 درصد حجمی، پلی اتیلن دانسیته بالا 15 درصد حجمی، پلی پروپن 15 درصد حجمی و استاریک اسید 10 درصد حجمی مورد استفاده قرار گرفته است. در ساخت این نوع بایندر از پلی اتیلن اکساید به عنوان پرکننده به منظور کاهش میزان گرانبوی در هنگام تزریق خوراک مورد استفاده قرار گرفته است. در واقع پلی اتیلن اکساید جز اصلی بایندر ساخته شده است و رفتار رئولوژیک اصلی بایندر بر عهده این جز می باشد و نقص پرکنندگی قالب در زمان تزریق را نیز بر ایفا می کند. جز استاریک اسید نقص سورفکتانت را دارد و در نتیجه باعث کاهش انرژی فصل مشترک بایندر و پودر فلزی شده و ترکیب و همگن شدن پودر فلزی و اجزای پلیمری را تسهیل می کند [26]. پلی اتیلن دانسیته بالا و پلی پروپن ایجاد کننده استحکام قطعه خام تزریق شده تا زمان بایندر زدایی حرارتی و تفجوشی را دارند. در واقع بعد از تزریق اگر استحکام قطعه خام بدست آمده به اندازه کافی بالا نباشد باعث شکست و ترک خوردن قطعه می گردد [28]. به منظور ساخت ترکیب بایندر و یکنواختی در ساختار از دستگاه حرارتی توربو میکسر و سپس اکسترودر دو مارپیچ در این پژوهش استفاده شده است. آزمون و به منظور تعیین خواص بایندر انجام شده است. از نسبت 70 درصد حجمی پودر فلزی و 30 درصد حجمی بایندر پلیمری به منظور ساخت فیداستوک در دستگاه میکسر مکانیکی برشی دور بالا استفاده شد.

2-2- شرایط و پارامترهای تزریق

به منظور تزریق فیداستوک بدست آمده به درون قالب فلزی از دستگاه تزریق 30 تن مورد استفاده قرار گرفت. شرایط تزریق شامل دما و فشار تزریق در جدول 2 آورده شده است.

جدول 2 شرایط تزریق قطعات با استفاده از دستگاه تزریق پودر.

Table 2 Conditions for injecting parts using powder injection machine.

زمان تزریق	سرعت تزریق	فشار تزریق	زمان باز شدن قالب	دمای قالب تزریق	دمای تزریق
7	36 Cm^3/s	1900 Bar	5	60 $^{\circ}\text{C}$	210 $^{\circ}\text{C}$

[20]. ترموستها و گرمانرمها دو ترکیب عمده پلیمری مورد استفاده در قالبگیری تزریقی پودر فلز به شمار می آیند. ترموستها پلیمرهایی هستند که پس از گرم شدن برای همیشه سخت می شوند و در گرمایش مجدد تجزیه می شوند [21]. فنولیکها و اپوکسیها متداولترین ترکیبهای ترموست می باشند. در مقابل ترموستها، گرمانرمها کاملاً با گرما برگشت پذیرند. این مواد در حین گرم کردن نرم شده و سپس با سرد شدن سخت می گردند و رفتار آنها کاملاً مستقل از شمار چرخه های گرم و سرد شدن می باشد [22].

به طور کلی متداولترین ماده گرمانرم مورد استفاده در فرایند قالبگیری تزریقی پودر فلز پارافین است [23]. باوجود اینکه بسیاری از بایندها قابلیت استفاده در این فرایند را دارند، اما مواد گرمانرم بیشتر مورد استفاده قرار می گیرند و اغلب پلیمرهای تجاری در این گروه قرار دارند که می توان به پلی اتیلن، پلی پروپیلن و مومها اشاره کرد [6]. سیستمهای پایه آبی در پژوهشهای فراوانی مورد توجه قرار گرفته اند و موجب پیشرفت در صنعت قالبگیری تزریقی پودر فلز شده اند [24]. اخیراً انواع جدیدی از بایندهای پایه آبی تولید شده است که کاملاً ریشه گیاهی دارند، این بایندها قابلیت آن را دارند که در تولید قطعات بزرگ توسط فرایند قالبگیری تزریقی پودر فلز به کار روند [25].

تاکنون تحقیقاتی در زمینه ساخت بایندر مورد استفاده در خصوص قطعات ساخته شده به روش قالب گیری تزریقی پودر فلزی انجام شده و اکثر این ترکیبات سه جزئی و بر مبنای پارافین وکس می باشد [26]. عمده نقایص این نوع بایندها در روند بایندر زدایی خاص شامل زمان ها و دماهای طولانی و ایرادات و نواقص پروسه شامل تاول زدگی و ترک در قطعات نهایی می باشد [27]. در این مقاله ضمن بررسی اطلاعات مورد نیاز جهت سنتر و بررسی خواص سیستم بایندری چهار جزئی بر مبنای پلی اتیلن اکساید استفاده شده تا ضمن کاهش قیمت تمام شده ساخت قطعات، زمان و دمای بایندر زدایی را کاهش داده و از وقوع عیوب در قطعات بایندر زدایی و تفجوشی شده جلوگیری گردد.

2- آزمایشها

1-1- ساخت فیداستوک اولیه

پودر فلزی آلیاژی فولاد زنگ نزن گرید 316L مورد استفاده در این پژوهش از فرایند اتمیزه گازی بدست آمده است. ترکیب شیمیایی اولیه پودر آلیاژی مورد استفاده در جدول 1 آورده شده است.

2-3- شرایط بایندر زدایی و تف جوشی

قطعات تزریق شده به منظور حذف بایندر و بدست آوردن قطعه فلزی نهایی تحت دو نوع فرایند بایندر زدایی حلالی و حرارتی و سپس فرایند تف جوشی قرار گرفتند. بدین منظور از مخزن حلالی مجهز به سیستم کندانسور آبی با قابلیت کنترل نرخ دما و ترکیب حلال‌های مختلف با گذشت زمان مطابق شکل 2 به منظور مرحله بایندر زدایی حلالی استفاده شده است. سپس نمونه‌های تزریق و بایندر زدایی شده به منظور افزایش دانسیته در کوره با شرایط اتمسفر کنترل شده آرگون تحت فرایند تف جوشی در دمای 1350°C و زمان 3 ساعت قرار گرفته و پس از پایان فرایند نمونه‌ها تا دمای محیط در کوره سرد شده اند.



Fig. 2 Solvent de-binding reactor setup with condenser.
شکل 2 تجهیزات و امکانات راکتور بایندرزدایی حلالی به همراه کندانسور.

3- نتایج و بحث

3-1- آنالیز فیداستوک ساخته شده

به منظور بررسی دقیق بایندر ساخته شده آنالیز گرماسنجی افتراقی (DSC) و آنالیز توزین حرارتی (TGA) ترکیبات بایندری ساخته شده انجام شد. نقطه ذوب اجزای مختلف بایندر که از آنالیز نتایج آنالیز DSC بدست می‌آید به منظور تنظیم دمای سیلندر دستگاه تزریق و همچنین دمای قالب استفاده می‌شود. شکل 3 نتایج آنالیز DSC را نمایش می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در دمای 62، 120 و 138°C به ترتیب نشان دهنده دمای آغازین ذوب پلی اتیلن اکساید، پلی اتیلن چگالی بالا و پلی پروپن می‌باشد. از طرفی با توجه به نتایج تحقیقات مشابه صورت گرفته دمای آغازین ذوب استاریک اسید بسیار نزدیک به جز پلی اتیلن اکساید می‌باشد [2]، از طرفی درصد استفاده شده از استاریک اسید به عنوان کاهنده انرژی فصل مشترک پودر و بایندر استفاده شده است.

شکل 1 دستگاه مکانیکی تزریق، مشخصات قالب فلزی مورد استفاده و همچنین مدل ابعادی قطعه استاندارد طراحی و تزریق شده را نمایش می‌دهد.

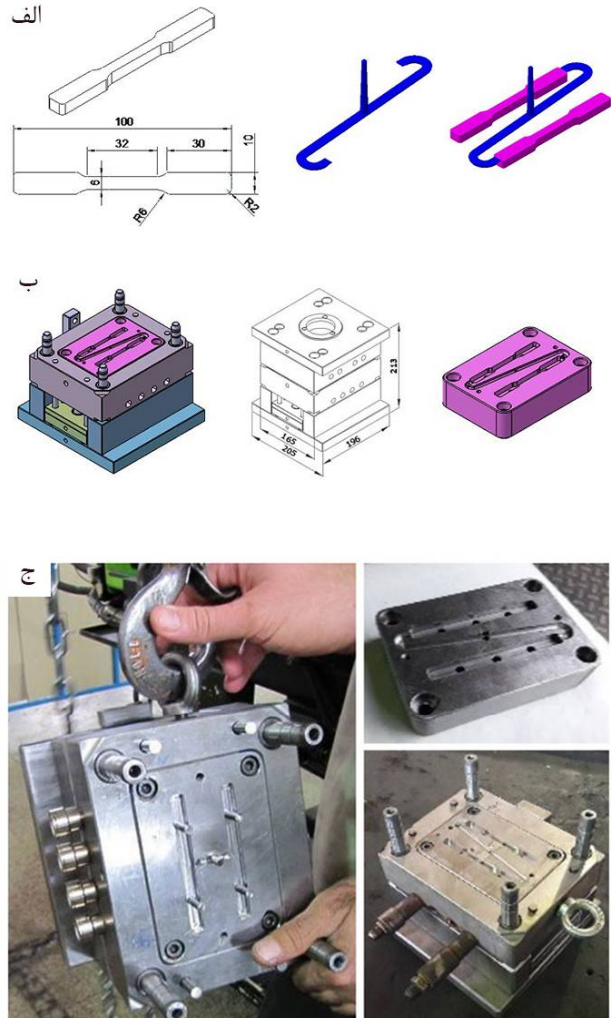


Fig. 1 a) Schematic of gate system and part dimensions, b) mold geometry and various components of fixed and variable parts c) mold made and part forming chamber, d) Powder injection machine.

شکل 1 الف) شماتیک سیستم راهگامی و ابعاد قطعه، ب) هندسه قالب و اجزای مختلف قسمت‌های ثابت و متغیر، ج) قالب ساخته شده و محفظه تشکیل قطعه، د) دستگاه تزریق پودر فلزی.

3-2- بررسی تحولات ریزساختاری

مهمترین مرحله تولید و شکل دهی قطعات پودری در روش قالب گیری تزریقی فلزی پس از تزریق، فرایندهای بایندرزدایی و تفجوشی قطعات می باشد. زیرا اکثر عیوب قطعه شامل ترک خوردگی و تاول زدگی و یا سایر عیوب مکانیکی حین دو مرحله بایندر زدایی و تفجوشی رخ می دهند. لذا به منظور حذف اجزا قابل انحلال و جلوگیری از ترک خوردگی دمای بالا ناشی از وجود بایندر باقی مانده، اولین مرحله در بایندرزدایی روند بایندر زدایی حلالی می باشد. در این حالت به منظور بررسی بایندر ساخته شده از 3 ترکیب حلال های آلی حاوی نسبت های مختلفی از استون و اتانول در دمای 70°C و همچنین یک ترکیب تنها حاوی آب دیونایزه در محدوده دمایی مشابه استفاده شده است. شکل 5 منحنی درصد حذف جز پلی اتیلن اکساید و استاریک اسید از بایندر پلیمری که از قطعه نهایی تزریق شده خارج شده اند بر حسب ترکیب شیمیایی مختلف حلال و زمان فرایند را نمایش می دهد. همان طور که مشاهده می شود بیشترین مقدار درصد خروج پلی اتیلن اکساید و استاریک اسید از نمونه های تزریق شده با ترکیب شیمیایی حلالی 50% حجمی استون می باشد. در این حالت با گذشت زمان از 20 تا 80 دقیقه درصد حذف بایندر افزایش یافته و بعد از آن تا زمان 120 دقیقه تقریباً ثابت باقی مانده است.

مطابق شکل 5 افزایش درصد استون در حلال حاوی اتانول به مقدار بیش از 50 درصد حجمی به دلیل دمای کاری 70°C راکتور و تبخیر شدید استون باعث کاهش میزان درصد خروج بایندر شده است. از طرفی به دلیل انحلال بالای دو جز بایندر پلیمری در حلال های آلی به ویژه استون، میزان بایندر زدایی در این حالت بسیار بیشتر از آب دیونایزه است.

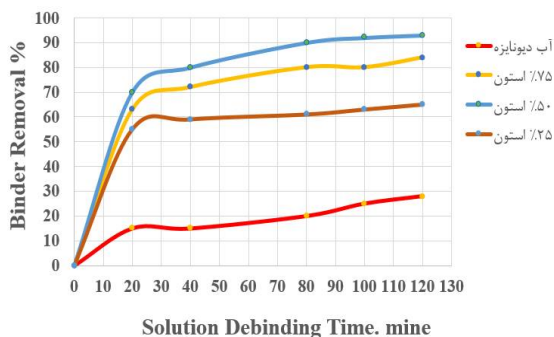


Fig. 5 Solution de-binding of MIM parts in an n-heptane bath as a function of time.

شکل 5 درصد بایندر حذف شده بر حسب زمان بایندر زدایی طی فرایند بایندرزدایی حلالی در دمای 70°C .

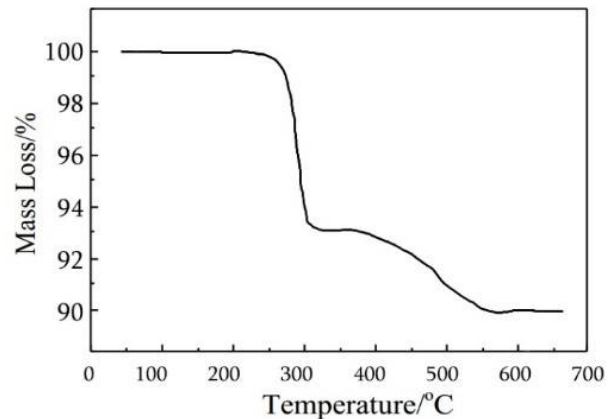


Fig. 3 DSC curve analyses of feedstock.

شکل 3 آنالیز DSC ترکیب بایندر پلیمری.

با توجه به نتایج بدست آمده از آنالیز DSC مطابق شکل 3 به منظور افزایش میزان روانروی و پرشدن کامل قالب می بایست دمای تزریق مطابق با دمای بالاترین ذوب اجزای سازنده یعنی پلی اتیلن اکساید تنظیم گردد. همچنین به منظور سرد شدن فیداستوک تزریق شده و شکل گیری قطعه و کاهش مدت زمان تزریق هر نوبت دمای قالب می بایست پایین تر از کمترین نقطه ذوب باشد. در نتیجه دمای قالب 60°C تنظیم شد. در شکل 4 نتایج آنالیز TGA آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود پلی اتیلن اکساید و استاریک اسید در محدوده دمایی 225°C تا 36°C شروع به تبخیر و از بین رفتن می کنند. این موضوع نشان دهنده آن است که به جهت جلوگیری از تبخیر بایندر در زمان تزریق دمای سیلندر تزریق نباید بیشتر از 225°C قرار گیرد.

با توجه به نتایج بدست آمده از آنالیز TGA که دمای از بین رفتن اجزای بایندر طی فرایند بایندر زدایی حرارتی را نشان می دهد، می بایست کوره بایندر زدایی حرارتی در محدوده دمایی 360°C تا 550°C تنظیم و استفاده شود.

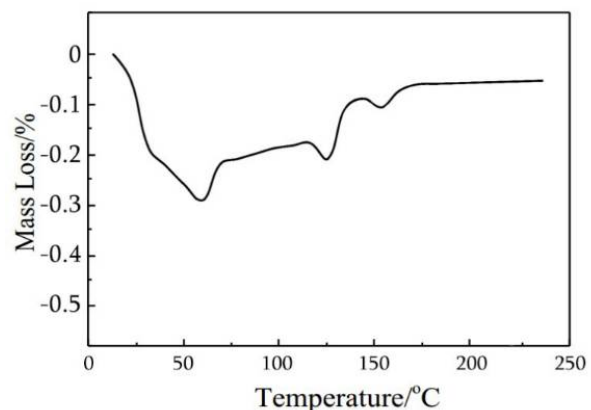


Fig. 4 TGA curve analyses of feedstock.

شکل 4 آنالیز TGA ترکیب بایندر پلیمری.

همان‌طور در شکل 6- الف مشاهده می‌شود ساختار سه بعدی اتصال بین ذرات پودر و بایندر پلیمری نشان دهنده همگنی ساختار قطعه تزریق شده می‌باشد. ترکیب فاز قالب پرکننده پلی اتیلن اکساید می‌باشد و یک لایه نازک و یکنواخت در اطراف تمامی ذرات پودر تشکیل داده است.

با توجه به شکل 6- ب ترکیب فاز پرکننده بایندر در اثر فرایند بایندر زدایی حلالی حذف شده و تنها اجزای استحکام دهنده شامل پلی اتیلن دانسیته بالا و پلی پروپیلین باقی مانده اند. اجزای باقی مانده باعث اتصال ذرات پودر به یکدیگر شده اند. در واقع دلیل استفاده از این دو جز حفظ شکل و استحکام قطعه تا قبل از مرحله تف جوشی می‌باشد. با مقایسه این دو تصویر تأثیر بایندر زدایی حلالی بر شکل و توزیع اجزای بایندر مشخص است. اما مهمترین مرحله در فرایند قالب گیری تزریقی پودر به منظور افزایش استحکام و دستیابی به قطعه نهایی تف جوشی می‌باشد. همان‌طور که در شکل 6- ج مشاهده می‌شود باقی مانده سایر اجزای بایندر که نقش حفظ استحکام قطعه را داشتند با افزایش دمای بایندر زدایی حلالی کاملاً حذف شده و قطعه آماده جهت فرایند تف جوشی می‌باشد. اندازه سایز متوسط ذرات در این حالت 35 میکرومتر است که نشان دهنده رشد ذرات در حین فرایند بایندر زدایی حرارتی می‌باشد. در تولید قطعات صنعتی هرچه درصد حذف بایندر طی فرایند بایندر زدایی حلالی بیشتر باشد از آنجا که زمان و دمای بایندر زدایی حرارتی کاهش می‌یابد از رشد دانه و در نتیجه کاهش خواص مکانیکی قطعه نهایی جلوگیری می‌شود.

منظور بررسی تأثیر تف جوشی بر ریزساختار نهایی قطعات مطابق شکل 7- الف و همچنین مراحل فرایند تف جوشی شکل 7- ب مورد بررسی قرار گرفته است. همان‌طور که مشاهده می‌شود ایجاد اتصالات گردنی در بین ذرات پودر فلزی به دلیل فعال شدن مکانیزم‌های نفوذ دمای بالا می‌باشد که عامل اصلی استحکام دهی قطعات حین تف جوشی می‌باشد. روش MIM عمدتاً در خصوص تولید قطعاتی مورد استفاده قرار می‌گیرد که کوچک و دارای پیچیدگی شکلی باشند، اما با این حال قطعاتی که یکی از ابعاد طول یا عرض آنها حداقل 10 سانتی متر و ضخامت آنها حداقل 0/5 سانتی متر باشد در این روش به عنوان قطعات بزرگ طبقه بندی می‌شوند. ضمن اینکه در تقسیم بندی دیگر به قطعاتی که بیشتر از 20 گرم وزن نهایی داشته باشند در این روش شکل دهی قطعات بزرگ گفته می‌شود. قطعه نهایی در شرایط بایندر زدایی حلالی با ترکیب شیمیایی 50% استون و 50% اتانول در دمای 70 °C به مدت 80 دقیقه و

پلی اتیلن اکساید و استاریک اسید دو جز از اجزای اصلی بایندر هستند که درصد بالایی از آنها حین فرایند بایندر زدایی حلالی از قطعه خارج شده و مابقی طی فرایند تف جوشی حذف می‌شوند. به منظور بررسی میزان چسبندگی بین اجزای پودر فلزی و بایندر پلیمری تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) قبل و بعد از مرحله بایندر زدایی حلالی در حلال حاوی 50 درصد حجمی استون و در دمای 70 °C به مدت 80 دقیقه، در شکل 6 آورده شده است.

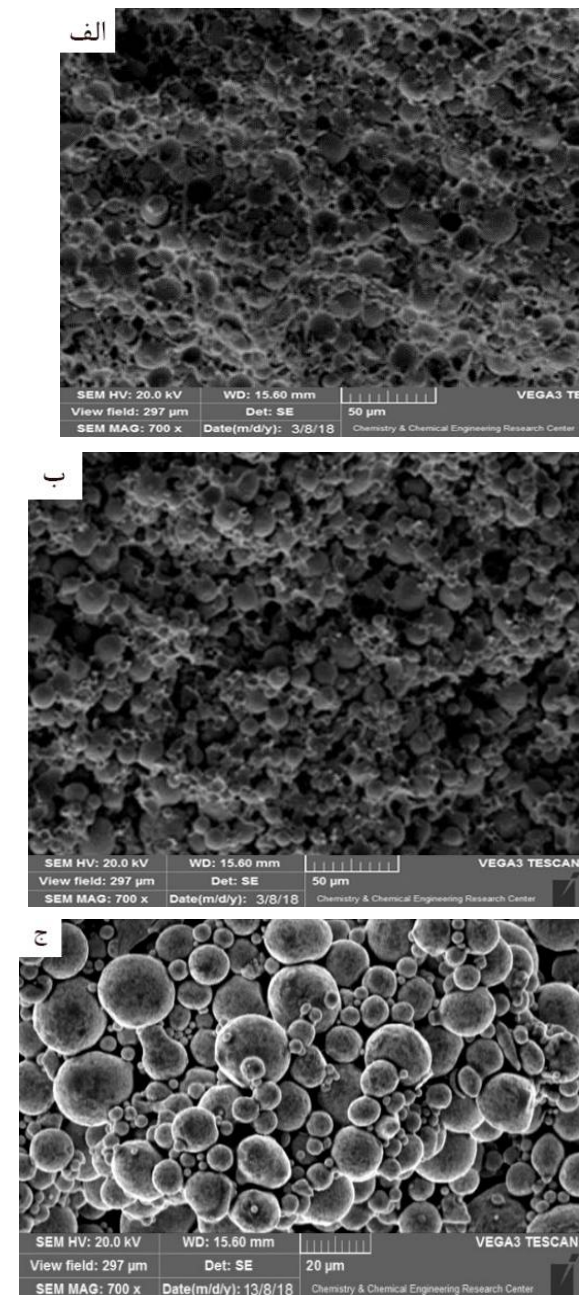


Fig. 6 SEM image of cross section of specimens: (a) before and (b) after solvent de-binding.

شکل 6 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار قطعه تزریق شده (الف) قبل و (ب) بعد از بایندر زدایی حلالی.

نشان داده است که تأثیر ترکیب بایندر در همسانگردی مقدار انقباض در قطعات صنعتی یکی از مهمترین عوامل می‌باشد [31]، [32]. هر قدر میزان بازیابی و حذف اجزای یک بایندر در مرحله بایندر زدایی حلالی و یا حرارتی بیشتر باشد باعث کاهش میزان تخلخل غیریکنواخت حین فرایند تف جوشی می‌گردد [7]. به طور کلی میزان ناهمسانگردی مقدار انقباض در قطعات تولید شده با سیستم بایندری بحث شده در این تحقیق به میزان 12 درصد کمتر از سایر تحقیقات انجام شده بر آلیاژ فولاد زنگ نزن گرید 316L با سایر سیستم‌های بایندری می‌باشد. مکانیزم‌های مختلفی جهت توجیه رفتار ناهمسانگردی انقباض مطرح شده که معروف ترین آن اثر وجود سطوح آزاد در اثر سرد شدن سریع لایه‌های بیرونی قطعات تزریق شده در داخل قالب می‌باشد که در شکل 8 آورده شده است. همچنین تصویر شکل 9 قطعه تولید شده در این پژوهش در مرحله پس از تزریق و همچنین پس از حذف سیستم راهگامی و در نهایت پس از فرآیند تف‌جوشی را نشان می‌دهد.

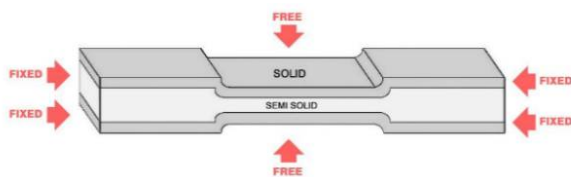


Fig. 8 Schematic of the mechanism of solid layer formation during freezing of the injected part

شکل 8 شماتیک مکانیزم ایجاد لایه جامد در حین انجماد قطعه تزریق شده.

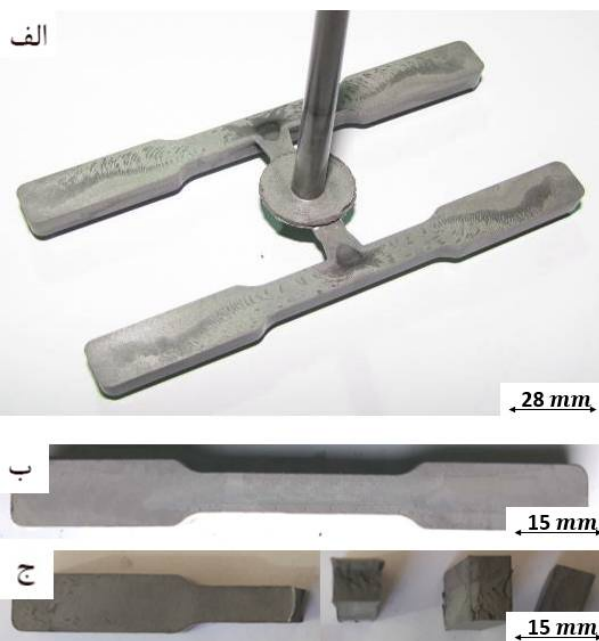


Fig. 9 Final specimen in this study, a) after injection, b) after sintering and c) cross section of specimen after sintering.

شکل 9 قطعه نهایی به دست آمده در این پژوهش (الف) پس از تزریق، (ب) پس از تف‌جوشی و (ج) سطح مقطع نمونه پس از تف‌جوشی.

سپس بایندرزدایی حرارتی در دمای 610°C به مدت 60 دقیقه و در انتها تف جوشی در دمای 1380°C به مدت 180 پس از تف جوشی مقدار دانسیته برابر $7/6 \text{ g/cm}^3$ داشته است. یکی از مهمترین عوامل تأثیر گذار بر موفقیت تولید قطعات در مقیاس صنعتی به روش قالب گیری تزریقی پودر فلزی میزان توانایی بر کنترل مقدار و جهت انقباض است. به طور متوسط میزان انقباض قطعات تولید شده در این روش بر اساس سایر مطالعات انجام شده 22 درصد حجمی می‌باشد [22].

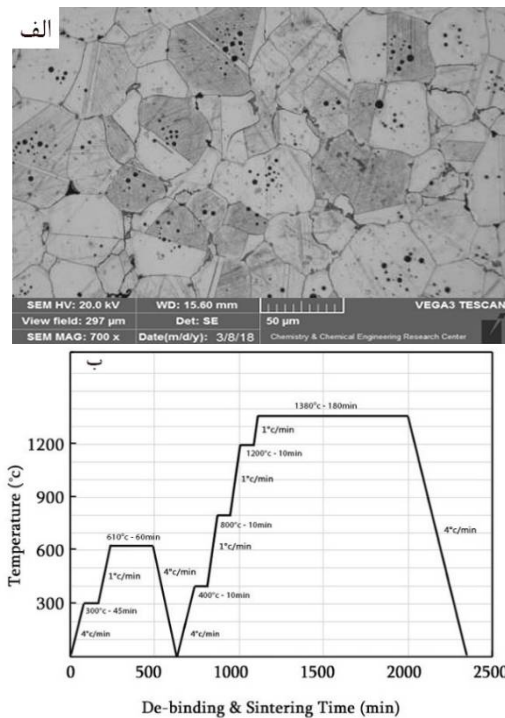


Fig. a) 7 Microstructure after sintering at 1380°C for 180min and b) Schematic diagram showing detailed conditions for de-binding and sintering processes.

شکل 7 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار قطعه تف جوشی شده در دمای 1380°C به مدت 180 دقیقه و شماتیک مراحل بایندرزدایی حرارتی و تف جوشی قطعات تزریقی.

در پژوهشی تأثیر متغیرهای تزریق بر میزان چگالی نهایی و همچنین تغییرات انقباض در قطعات تزریق شده از جنس فولاد زنگ‌نزن گرید 316L مورد بررسی قرار گرفته و مشخص شده است که فشار تزریق در مرحله قالب‌گیری تأثیر بسیار زیادی بر انقباض حین فرآیند تف جوشی قطعات داشته است [29]. بر اساس این پژوهش تف‌جوشی به عنوان مهم‌ترین مرحله تغییرات میزان مکانیکی با مکانیزم چگالش و در نتیجه تأثیرگذار بر میزان انقباض بوده است [29]. لذا کنترل میزان انقباض تابع عواملی مختلف مانند: شرایط فیداستوک اولیه، شرایط تزریق، بایندر زدایی و تف جوشی می‌باشد [30]. اما تحقیقات اخیر

تفجوشی در متالورژی پودر و ریخته‌گری دقیق، قطعه نهایی با خواص مکانیکی مطلوب‌تری را ایجاد می‌کند. با این حال روش MIM در خصوص تولید قطعاتی به کار گرفته می‌شود که ضمن توجه حجم تولید بالا و پیچیدگی شکلی آن‌ها، بتواند خواص مکانیکی مورد نظر در محیط سرویس قطعه نهایی، بر اساس مجموع تنش‌های استاتیک و دینامیک وارد شده را برآورده سازد. مزیت استفاده از سیستم بایندری معرفی شده در این پژوهش در خصوص تولید قطعات صنعتی نسبت به سایر سیستم‌های متداول با پایه پارافین کاهش بیشتر میزان ویسکوزیته در زمان تزریق به دلیل پایین تر بودن نقطه ذوب پلی اتیلن اکساید نسبت به پارافین می‌باشد. که در نتیجه با کاهش دمای مورد نیاز جهت تزریق قطعات فلزی ضمن کاهش قیمت تمام شده قطعات ضخامت لایه سریع سرد شده به هنگام قرار گیری قطعه در قالب کاهش یافته و همین مکانیزم عامل کاهش میزان رفتار ناهمسانگری انقباض در این قطعات می‌گردد. از طرفی قیمت تمام شده بایندره‌های پلی اتیلن اکساید نسبت به سیستم‌های پایه پارافین کمتر می‌باشد.

4- نتیجه‌گیری

در این پژوهش سیستم بایندر پلیمری با ترکیب اجزای اولیه شامل پلی اتیلن اکساید 60 درصد حجمی، پلی اتیلن دانسیته بالا 15 درصد حجمی، پلی پروپن 15 درصد حجمی و استاریک اسید 10 درصد حجمی مورد استفاده قرار گرفته است. استفاده از بایندر بر پایه پلی اتیلن اکساید نسبت به بایندره‌های پارافین و کس در قطعات صنعتی ضمن کاهش قیمت تمام شده مدت زمان و دمای بایندرزدایی حلالی و حرارتی را کاهش داده و از ایجاد ترک و تاول در قطعه نهایی جلوگیری می‌کند. انجام آنالیزهای پلیمری جهت تعیین نقطه ذوب و تبخیر سایر اجزای پلیمری باعث بهینه سازی فرایند تولید و تف جوشی قطعات شد و بدین ترتیب بهینه ترین شرایط بایندرزدایی و تف جوشی قطعات ساخته شده در شرایط حلالی با ترکیب شیمیایی 50% استون و 50% اتانول در دمای 70°C به مدت 80 دقیقه و سپس بایندرزدایی حرارتی در دمای 610°C به مدت 60 دقیقه و در انتها تف جوشی در دمای 1380°C به مدت 180 دقیقه می‌باشد. توانایی انحلال بالای پلی اتیلن اکساید و استاریک اسید در حلال‌های آلی به ویژه استون باعث درصد بالای بایندرزدایی در مرحله حلالی شده و در نتیجه ضمن کامل شدن خروج بایندر در مرحله بایندرزدایی حرارتی از ایجاد ترک و تاول در قطعات صنعتی با ابعاد بزرگ جلوگیری می‌کند. همچنین چگالی

همان‌طور که در شکل 9 مشاهده می‌شود با توجه به کنترل متغیرهای فرآیند قطعه کاملاً سالم و عاری از هرگونه نواقص متداول سطحی و حجمی به دست آمده است.

3-3- بررسی درصد تخلخل، چگالی و خواص مکانیکی

شاید بتوان گفت که اصلی‌ترین دلیل ایجاد و گسترش تولید قطعات به روش MIM، توانایی این صنعت در تولید قطعات در اشکال پیچیده و همچنین دستیابی به خواص مکانیکی مطلوب‌تر نسبت به روش‌های فشرده‌سازی و تفجوشی متداول صنعت متالورژی پودری بوده است. شکل 10 نمودار آزمون کشش نمونه تولید شده در این پژوهش را نمایش می‌دهد.

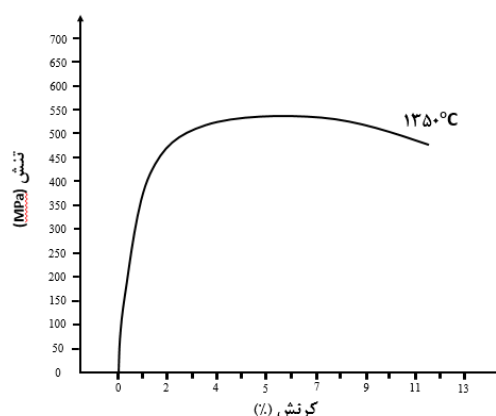


Fig. 10 True stress and strain curve of mechanical properties experimental sample.

شکل 10 منحنی تنش کرنش و خواص مکانیکی نمونه تولید شده در این پژوهش.

میزان چگالی قطعه نهایی در این پژوهش $7/5 \text{ g/cm}^3$ بوده است. و میزان تخلخل 5 درصد بوده است. انحلال بالای ترکیب بایندر ساخته شده در این پژوهش در مرحله بایندرزدایی حلالی و در نتیجه ایجاد مسیره‌هایی جهت درصد بالای خروج بایندر در مرحله پیرولیز و در نتیجه دانسیته بالای قطعه نهایی پس از تفجوشی عامل اصلی افزایش خواص مکانیکی به میزان 550MPa بوده است. شاید بتوان گفت که اصلی‌ترین دلیل ایجاد و گسترش تولید قطعات به روش MIM، توانایی این صنعت در تولید قطعات در اشکال پیچیده و همچنین دستیابی به خواص مکانیکی مطلوب‌تر نسبت به روش‌های فشرده‌سازی و تفجوشی متداول صنعت متالورژی پودری بوده است. اما همچنان خواص مکانیکی قطعات نهایی به دست آمده به دلیل وجود تخلخل، کمتر از قطعات تولید شده به روش ماشین‌کاری می‌باشد. بنابراین این روش، اغلب در مواجهه با روش سنتی فشار و

- properties of powder injection molded parts, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 262, No. pp. 503-510, 2018.
- [14] V. Piotter, T. Benzler, T. Gietzelt, R. Ruprecht, J. Haußelt, Micro powder injection molding, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 2, No. 10, pp. 639-642, 2000.
- [15] V. Piotter, T. Hanemann, R. Ruprecht, J. Hausselt, Injection molding and related techniques for fabrication of microstructures, *Microsystem Technologies*, Vol. 3, No. 3, pp. 129-133, 1997.
- [16] M. Qian, Powder Metallurgy of Non-Ferrous Metals: Part I, *JOM*, Vol. 70, No. 5, pp. 614-615, 2018.
- [17] A. Romero, G. Herranz, Development of feedstocks based on steel matrix composites for metal injection moulding, *Powder technology*, Vol. 308, No. pp.472-478, 2017.
- [18] E. Sachs, E. Wylonis, S. Allen, M. Cima, H. Guo, Production of injection molding tooling with conformal cooling channels using the three dimensional printing process, *Polymer Engineering & Science*, Vol. 40, No. 5, pp. 1232-1247, 2000.
- [19] C. Ji, N. Loh, K. Khor, S. Tor, Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using Taguchi method: final density, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 311, No. 1-2, pp. 74-82, 2001.
- [20] M. Seerane, P. Ndlangamandla, R. Machaka, The influence of particle size distribution on the properties of metal-injection-moulded 17-4 PH stainless steel, *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, Vol. 116, No. 10, pp. 935-940, 2016.
- [21] B. Suharno, F. Mawardi, S. Dewantoro, B. Irawan, M. Doloksaribu, S. Supriadi, Effect of powder loading on local feedstock injection behavior for fabrication process of orthodontic bracket SS 17-4 PH using metal injection molding, AIP Conference Proceedings, AIP Publishing, 2019, p. 020030.
- [22] G. Veltl, T. Hartwig, F. Petzoldt, H.-D. Kunze, Investigations on metal injection molding of 316L stainless steel, *Material and Manufacturing Process*, Vol. 10, No. 3, pp. 425-438, 1995.
- [23] Z. Liu, N. Loh, S. Tor, K. Khor, Y. Murakoshi, R. Maeda, Binder system for micropowder injection molding, *Materials Letters*, Vol. 48, No. 1, pp. 31-38, 2001.
- [24] W. Wang, J. Song, B. Yan, Y. Yu, Metal injection molding of tungsten and its alloys, *Metal Powder Report*, Vol. 71, No. 6, pp. 441-444, 2016.
- [25] L. Yu, C.G. Koh, L.J. Lee, K.W. Koelling, M.J. Madou, Experimental investigation and numerical simulation of injection molding with micro-features, *Polymer Engineering & Science*, Vol. 42, No. 5, pp. 871-888, 2002.
- [26] Y. Zhang, E. Feng, W. Mo, Y. Lv, R. Ma, S. Ye, X. Wang, P. Yu, On the Microstructures and Fatigue Behaviors of 316L Stainless Steel Metal Injection Molded with Gas-and Water-Atomized Powders, *Metals*, Vol. 8, No. 11, pp. 893, 2018.
- نهایی $7/5 \text{ g/cm}^3$ و میزان تخلخل نهایی 5 درصد عامل اصلی افزایش خواص مکانیکی در مقایسه با سایر تحقیقات صورت گرفته بوده است که در نتیجه درصد بالای بایندرزدایی و چگالش بالای قطعه در مرحله تفجوشی به دست آمده است.

5- مراجع

- [1] J.-C. Gelin, T. Barriere, J. Song, Processing defects and resulting mechanical properties after metal injection molding, *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 132, No. 1, p. 011017, 2010.
- [2] F.S. Froes, Advances in titanium metal injection molding, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 46, No. 5-6, pp. 303-310, 2007.
- [3] T. Hartwig, G. Veltl, F. Petzoldt, H. Kunze, R. Scholl, B. Kieback, Powders for metal injection molding, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 18, No. 9, pp. 1211-1216, 1998.
- [4] B. Huang, S. Liang, X. Qu, The rheology of metal injection molding, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 137, No. 1-3, pp. 132-137, 2003.
- [5] S.T. Islam, S.K. Samanta, H. Roy, A.K. Lohar, S. Das, A. Bandyopadhyay, Rheological Behavior of 316L Stainless Steel Feedstock for μ -MIM, *Materials Today: Proceedings*, Vol. 5, No. 2, pp. 8152-8158, 2018.
- [6] S. Li, B. Huang, Y. Li, X. Qu, S. Liu, J. Fan, A new type of binder for metal injection molding, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 137, No. 1-3, pp. 70-73, 2003.
- [7] S. Mirzababaei, S. Pasebani, A Review on Binder Jet Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel, *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, Vol. 3, No. 3, 2019.
- [8] Z. Liu, N. Loh, S. Tor, K. Khor, Y. Murakoshi, R. Maeda, T. Shimizu, Micro-powder injection molding, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 127, No. 2, pp. 165-168, 2002.
- [9] M. Mulser, G.B. Dutra, J. Rager, F. Petzoldt, Influence of a mismatch in shrinkage for two-component metal injection moulding (2C-MIM), Proceedings of Powder Metallurgy 2010 World Congress, 2010, pp. 527-534.
- [10] K. Essa, P. Jamshidi, J. Zou, M.M. Attallah, H. Hassanin, Porosity control in 316L stainless steel using cold and hot isostatic pressing, *Materials & Design*, Vol. 138, No. pp. 21-29, 2018.
- [11] J.W. OH, C.W. GAL, D. SHIN, J.M. PARK, W.S. YANG, S.J. PARK, Powder Injection Molding Process in Industrial Fields, *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, Vol. 65, No. 9, pp. 539-547, 2018.
- [12] V. Momeni, M.H. Alaei, Optimization of Injection Parameters in Metal Injection Molding of 4605 Low Alloy Steel, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 19, No. 5, pp. 1199-1208, 2019.
- [13] J.W. Oh, Y. Seong, S.J. Park, Effect of nanoparticles in bimodal powder on physical and mechanical

- Metallurgy*, Vol. 50, No. 2, pp. 172-183, 2007.
- [30] D. Annicchiarico, J.R. Alcock, Review of factors that affect shrinkage of molded part in injection molding, *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 29, No. 6, pp. 662-682, 2014.
- [31] A. Islam, N. Giannakas, D.M. Marhöfer, G. Tosello, H.N. Hansen, The shrinkage behavior and surface topographical investigation for micro metal injection molding, *AIP Conference Proceedings*, AIP Publishing, 2015, p. 110007.
- [32] I.U. Mohsin, D. Lager, C. Gierl, W. Hohenauer, H. Danninger, Sintering/shrinkage kinetics of metal injection molded copper brown body, *Materials Letters*, Vol. 64, No. 21, pp. 2347-2349, 2010.
- [27] S. Zinelis, O. Annousaki, M. Makou, T. Eliades, Metallurgical characterization of orthodontic brackets produced by metal injection molding (MIM), *The Angle Orthodontist*, Vol. 75, No. 6, pp. 1024-1031, 2005.
- [28] J. Gelin, T. Barriere, M. Dutilly, Experiments and computational modeling of metal injection molding for forming small parts, *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, Vol. 48, No. 1, pp. 179-182, 1999.
- [29] B. Berginc, Z. Kampus, B. Sustarsic, Influence of feedstock characteristics and process parameters on properties of MIM parts made of 316L, *Powder*