



دانشگاه تربیت مدرس

دانشکده فنی و مهندسی

پایان نامه کارشناسی ارشد

گرایش: مواد - سرامیک

016933

عنوان پروژه:

قالبگیری تزریقی سرامیک های آلومینو سیلیکاتی

۱۳۸۱ / ۱ / ۲۲

وزارتخانه فرهنگ و ارشاد اسلامی
جمهوری اسلامی ایران

استاد راهنما: آقای دکتر طاهری نساج

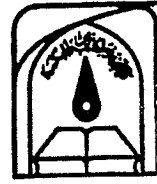
استاد مشاور: پرفسور پرویز دوامی

۴۰۲۶۹

نگارش: میترا عطاریان

خرداد ۱۳۸۰

۴۰۲۶۹



دانشگاه تربیت مدرس

تاییدیه هیات داوران

خانم میترا عطاریان پایان نامه ۱۰ واحدی خود را با عنوان قالبگیری تزریقی
سرامیک های آلومینو سیلیکاتی در تاریخ ۸۰/۳/۲۲ ارائه کردند. اعضای هیات داوران نسخه
نهایی این پایان نامه را از نظر فرم و محتوی تایید و پذیرش آنرا برای تکمیل درجه کارشناسی
ارشد رشته مهندسی مواد باگرایش سرامیک پیشنهاد می کنند.

اعضای هیات داوران

۱- استاد راهنما:

۲- استاد مشاور:

۳- استادان ممتحن:

۴- مدیر گروه:

(یا نماینده گروه تخصصی)

نام و نام خانوادگی

آقای دکتر طاهری نساچ

آقای پروفسور دوامی

آقای دکتر صراف

آقای دکتر گلستانی فرد

آقای دکتر اسدی

امضاء

احمد طاهری نساچ

دکتر

طاهری نساچ

این نسخه به عنوان نسخه نهایی پایان نامه / رساله مورد تایید است.

اعضای هیات داوران

احمد طاهری نساچ

« کتاب حاضر؛ حاصل پایان نامه کارشناسی ارشد نگارنده در رشته مهندسی مواد- گرایش سرامیک است که در سال ۱۳۸۰ در دانشکده مهندسی دانشگاه تربیت مدرس به راهنمایی جناب آقای دکتر طاهری نساج و مشاوره جناب آقای پرفسور پرویز دوامی از آن دفاع شده است.»

وزارت اطلاعات و ارتباطات
تیم تحریر

تقدیر و تشکر

شکر نعمت خوشتر از نعمت بود

شکر باره کی سوی نعمت رود؟

شکر جان نعمت و نعمت چو پوست

زانک شکر آرد ترا تا کوی دوست

« این تحقیق در مرکز پژوهش متالورژی رازی و بر پایه ایده نو جناب آقای پرفسور دوامی در ارتباط با بکارگیری همزمان بستر پلیمری و باند معدنی در فرایند قالب گیری تزریقی سرامیک ها و با حمایت های همیشگی ایشان و در سایه راهنماییهای استاد گرامی جناب آقای دکتر طاهری نساج به انجام رسیده است.

در طی انجام پروژه مساعدت های جناب آقای دکتر ورهرام و آقایان مهندس نصیری و مهندس اسماعیلیان همواره راهگشای اینجانب بوده است.

همچنین از همکاری دوستان گرامی سرکار خانم مهندس عسگری، مهندس علی اصغری و جناب آقای رخشیه و آقای اسلامی کمال امتنان را دارد.

و در پایان از زحمات همسر و دوست عزیزم مهندس وصالی کمال سپاسگزاری را دارم.»

تقدیم به

پدر بزرگوار و مادر دلسوزم

و

همسر مهربان و پسر عزیزم

فهرست

- چکیده..... ۱
- فصل اول : مقدمه..... ۳
- فصل دوم : مطالعات تئوری
- ۱-۲ رفتار رئولوژیک سوسپانسیون پلیمر..... ۷
- ۱-۱-۲ سوسپانسیون رقیق..... ۸
- ۲-۱-۲ سوسپانسیون های غلیظ..... ۱۱
- ۳-۱-۲ سوسپانسیون ذرات پرکننده فعال..... ۱۷
- ۴-۱-۲ تشکیل اسکلت ساختمانی..... ۲۰
- ۵-۱-۲ رلاکسیون تنش و ویسکوالاستیسیته سوسپانسیونهای سرامیک / پلیمر..... ۲۷
- ۱-۶-۲ تجربیات رئولوژیک..... ۲۸
- ۲-۲ قابلیت بکارگیری سوسپانسیون سرامیکی..... ۳۸
- ۳-۲ روش های ارزیابی پودر با هدف رسیدن به حداکثر دانسیته تر..... ۴۷
- ۴-۲ فشردگی ذرات پودر در فرایند قالب گیری تزریقی..... ۵۱
- ۵-۲ تطابق مدل های تجربی وابستگی ویسکوزیته به درصد حجمی پودر سرامیکی و نتایج آزمایشگاهی..... ۵۶
- ۶-۲ بهینه سازی ترکیب بستر پلیمری در سوسپانسیون غلیظ سرامیک / پلیمر..... ۶۰

- ۷-۲ پراکندگی ذرات پودر سرامیکی در پلیمرها..... ۶۵
- ۸-۲ پراکندگی ذرات پودر سرامیکی در واکس..... ۶۶
- ۹-۲ نقش لایه های پلیمری جذب شده..... ۷۰
- ۱۰-۲ جذب سطحی..... ۷۳
- ۱۱-۲ حجم موثر پرکننده در ترکیب سرامیک / واکس..... ۷۴
- ۱۲-۲ مرکب سازی سوسپانسیون سرامیک / پلیمر..... ۷۷
- ۱۳-۲ سرعت ثابت کاهش وزن معیاری برای انتخاب ترکیب سوسپانسیون سرامیک / پلیمر..... ۸۰
- ۱۴-۲ مدل های تئوری حذف بستر پلیمری..... ۸۵

فصل سوم : طراحی آزمایشات

- ۱-۳ پودر سرامیکی..... ۸۷
- ۲-۳ تهیه دانه بندی..... ۹۲
- ۳-۳ حداکثر فشردگی، حداکثر دانسیته فشردگی..... ۹۳
- ۴-۳ رسم نمودارهای cumulative..... ۹۴
- ۵-۳ تعیین V_{max}^* با رسم نمودار های غلظت حجمی پودر پرکننده..... ۹۷
- ۶-۳ بستر پلیمری..... ۱۰۲
- ۷-۳ ترکیب سوسپانسیون های سرامیکی مورد تحقیق..... ۱۰۸
- ۸-۳ مرکب سازی..... ۱۰۹
- ۹-۳ رفتار رئولوژی سوسپانسیون سرامیکی..... ۱۱۲

- ۳-۱۰ انقباض خطی، محاسبه ضخامت لایه پلیمری جذب شده بر سطح ذرات پودر..... ۱۳۳
- ۳-۱۱ رفتار جذب آب سوسپانسیون های سرامیکی، نقش لایه های پلیمری جذب شده
سطحی..... ۱۴۰
- ۳-۱۲ انقباض بلورین و نمودارهای DSC..... ۱۴۳
- ۳-۱۳ طراحی تجربیات قالبگیری..... ۱۵۱
- ۳-۱۳-۱ طراحی قالب..... ۱۵۱
- ۳-۱۳-۲ کنترل زمان انجماد راهباره و بارریز..... ۱۵۳
- ۳-۱۳-۳ نمودارهای Heisler..... ۱۵۴
- ۳-۱۳-۴ روش گراویمتری..... ۱۵۵
- ۳-۱۳-۵ اندازه گیری فشار حفره قالب..... ۱۵۶
- ۳-۱۳-۶ روش های آنالیز عددی..... ۱۵۶
- ۳-۱۴ فرایند تزریق..... ۱۷۰
- ۳-۱۵ رفتار سیلان سوسپانسیون سرامیکی در فرایند تزریق..... ۱۷۰
- ۳-۱۶ بررسی صحت نمونه های قالب گیری شده توسط پرتو نگاری اشعه ایکس..... ۱۷۳
- ۳-۱۷ اندازه گیری طول و وزن نمونه ها پس از خروج از قالب..... ۱۷۴
- ۳-۱۸ فعال نمودن ترکیبات تشکیل دهنده باند..... ۱۷۴
- ۳-۱۹ اندازه گیری طول نمونه ها..... ۱۷۴
- ۳-۲۰ استحکام خمشی تر..... ۱۷۴

۳-۲۱ ساختار ماکروسکپی مقطع شکست..... ۱۷۶

۳-۲۲ حذف بستر پلیمری..... ۱۸۰

۳-۲۳ بررسی صحت نمونه پس از عملیات حرارتی توسط پرتو نگاری اشعه ایکس..... ۱۸۲

۳-۲۴ سینترینگ..... ۱۸۴

فصل چهارم : نتیجه گیری..... ۱۸۶

مراجعه..... ۱۹۱

چکیده

در این تحقیق ابتدا به مرور نتایج مطالعات و تحقیقات محققان خارجی در زمینه فرایند قالبگیری تزریقی و مبانی تئوری حاکم بر تهیه و مصرف سوسپانسیونهای سرامیک/پلیمر در طی این فرایند پرداخته و سپس با بهره گیری از این نتایج طراحی فرمولاسیون مناسب بر پایه مصرف یک نوع پودر آلومینا - سیلیکات (حاوی نوعی ترکیبات تشکیل دهنده باند با سه دانه بندی متفاوت)، پلی اتیلن واکس، بعنوان جزء اصلی بستر پلیمری، اتیلن وینیل استات بعنوان جزء فرعی و اسید استتاریک بعنوان ماده کمک فرایند صورت پذیرفته است.

رفتار رئولوژیک سوسپانسیونهای سرامیکی بر پایه نظرات Evans, Edirisinghe با استفاده از رئومتر موئینه مورد بررسی قرار گرفته و پارامترهای مربوط به رفتار سیلان ترکیب شامل تنش تسلیم ایندکس قاعده توانی، تغییرات ویسکوزیته با دما و انرژی اکتیواسیون سیلان ویسکوز بدست آمدند.

بطور همزمان انقباض خطی نمونه های آزمایشگاهی تهیه شده به شکل ویفرهائی با نسبت ۲۵ (ضخامت / قطر در فرایند حذف بستر پلیمری اندازه گیری گردید و بر پایه این نتایج

ضخامت لایه پلیمری و مقدار بحرانی پرکننده (CPVC) محاسبه شد. به همین روش انقباض خطی نمونه ها پس از فعال شدن مواد تشکیل دهنده ژل در آب اندازه گیری گردید.

با بررسی نمودارهای Differential Scanning Calorimetry (DSC) نقش ترکیب بستر پلیمری بر انتالپی بلورین و انقباض بلورین سوسپانسیون مورد ارزیابی قرار گرفت. سپس با استفاده از نرم افزار شبیه سازی انجماد SUT بهینه سازی طراحی قالب تزریق آزمایشگاهی بر پایه تعیین زمان انجماد راهباره صورت پذیرفته و عملیات تزریق سوسپانسیونهای سرامیکی با نصب دیواره شیشه ای قالب و فیلم برداری از فرایند تزریق و نحوه پر شدن حفره قالب به شکل مکعب مستطیل انجام گرفت. تاثیر ویژگی های پودر سرامیکی در تغییر مد شکست در آزمون خمش چهار نقطه ای نمونه های تر مشاهده گردید. سیکل عملیات حرارتی به طور موفقیت آمیز در اتمسفر ازت به انجام رسیده و نتایج آن توسط رادیوگرافی نمونه های آزمایشگاهی بررسی گردید و نهایتاً نتایج عملیات سیتترینگ در راستای حذف تخلخل حاصل از تخریب بستر پلیمری بیان گردید.

فصل اول

مقدمه

"فرایند قالبگیری تزریقی قطعات سرامیکی بر پایه اعمال نیروهای خارجی بر سوسپانسیون پودر سرامیکی در یک حامل ارگانی بنا شده است. سوسپانسیونهای پلاستیک در نتیجه تنش های وارده دچار تغییر شکل گردیده و جاری می شوند. نیروهای خارجی سبب می شوند که ترکیب پلاستیک. شکل حفره قالب را به خود بگیرد. به منظور تأمین رفتار سیلان مناسب، ذرات پودر سرامیکی در یک مذاب پلیمری و یا حامل ارگانی پراکنده می شوند. پس از انجماد و خروج از قالب، بستر پلیمری به روش های حرارتی حذف گردیده و سپس قطعه سیتتر می شود."

عبارات فوق بیان ساده فرایند قالبگیری تزریقی است که توسط Mutsuddy در کتابی به همین عنوان [۱] ارائه گردیده است.

امروزه بسیاری از انواع قطعات سرامیکی و فلزی به این روش تولید می شوند و از آن میان می توان به ساخت نازل های حرارتی [۲]، ایمپلنت های ارتوپدی [۳]، سرامیک های پیزوالکتریک [۴]، انواع اینسرت های ماشینکاری [۵] و قطعات فلزی یاتاقان [۶] و بسیاری از کاربردهای دیگر اشاره کرد.

محدودیتی در زمینه کاربرد انواع پودر و فیبر سرامیک، فلز و بین فلزی در منابع قید نشده است. انواع خاک رس همچون کائولن به همراه مینرالهای سخت مانند کوارتز، فلدسپار، دولومیت یا ولاستونیت توسط محققان آلمان در این فرایند بکار گرفته شده اند [۷]. آلومینا، سیلیکون، سیلیکون کارباید، سیلیکون نیتراید و سیلان ها از جمله پودرهائی هستند که به فراوانی مورد استفاده قرار گرفته اند و در کاربرد با انواع حاملهای ارگانی و بیژگیهای انواع تجاری کاملاً شناخته شده است. همچنین است در مورد انواع پودرهای فلزی [۸].

انواع اکسیدهای فلزی همچون Fe_2O_3 ، ZnO و MnO در ساخت فریت های Mn-Zn و Ni-Zn و Mg-Zn بکار گرفته می شوند [۹]. بسیاری از قطعات صنعتی با مصرف انواع پودر زیر کونیای پایدار شده ساخته شده اند [۱۰]. تلاش بسیاری در زمینه مصرف پودرهای اکتیو ($1\mu m$) در این فرایند تولید، صورت پذیرفته و تحقیقات انجام شده به ویژه در زمینه افزایش مصرف انواع مواد افزودنی به شکل اسید استتاریک و یا پلی استر متمرکز گردیده است [۱۱]. به تازگی فرایند قالبگیری جایگزین پرس گرم در ساخت کامپوزیت های سرامیک - سرامیک گردیده است. در ساخت این کامپوزیت ایجاد سوسپانسیون یکنواخت کلید موفقیت تولید، محسوب می شود [۱۲]. در طی سالهای اخیر در طراحی ماشین های تزریق پیشرفتهای فراوانی بعمل آمده است. در انواع دستگاه تزریق فشار کم Low-pressure فشار تزریق دستگاه ۷۰kPa و مدت زمان فرایند ۳-۸ دقیقه است. در برخی تجهیزات پیشرفته امروزی، حفره قالب از جنس مواد پلیمری مقاوم به سایش ساخته شده و حفره های قالب مجهز به سیستم های ممانعت از حرکت فواره ای سوسپانسیون به هنگام تزریق می باشند [۱۳].

فرایند حذف بستر پلیمری همواره مستقیماً منجر به فرایند سیتترینگ نگردیده و فرایندهای واسط به تکمیل مراحل تولید قطعه می پردازند. گاهی این فرایند میانی توسط پرس هیدرواستاتیک انجام گردیده و نتیجه امر کاهش چشمگیر ابعاد تخلخل تا زیر $0.1 \mu m$ خواهد بود [۱۴].

فرایند واسط به هنگام ساخت قطعاتی از جنس تیتانیم دی براید (TiB_2) واکنش های احیائی کربوترمیک است و ماده سرامیکی اولیه مورد مصرف مخلوطی از پودرهای TiO_2 و B_2O_3 [۱۵].

دو نوآوری دیگر فراگیری تعریف فوق را تحت تأثیر قرار می دهد. اول آنکه در بسیاری از موارد حاملهای بر پایه آب با موفقیت در فرایند بکار برده شده و تحت این شرایط امکان استفاده از موادی با قابلیت ژله ای شدن و استحکام بخشی به قطعات قالبگیری شده مطرح گردیده است [۱۶].

حاملهای بر پایه آب دارای محدودیت کاربرد در مورد پودرهای با تمایل واکنش سطحی با آب هستند. بیشترین کاربرد در ارتباط با پودرهای فلزی است [۱۷].

نکته دوم استفاده از حلال به هنگام حذف بستر پلیمری است. اگر چه در اغلب موارد این مرحله نهایتاً به مرحله انتهائی عملیات حرارتی ختم می گردد، ولی بهر حال از مزیت کاهش زمان عملیات حرارتی و کاهش احتمال تخریب قطعه در این مرحله برخوردار است. در این روش حذف بیش از ۵۰ درصد بستر پلیمری توسط حلالهای مناسب صورت پذیرفته و جزء کمی از بستر باقیمانده در یک عملیات حرارتی کوتاه مدت حذف می شود [۱۸].

عیوب تشکیل شده در طی این روش تولید به دو گروه طبقه بندی می شوند: