

Andrzej Skalski^{1*}, Dionizy Biało², Ryszard Pilawka³

^{1,2} Politechnika Warszawska, Instytut Metrologii i Inżynierii Biomedycznej, ul. św. A. Boboli 8, 02-525 Warszawa, Poland

³ Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny, Instytut Polimerów, ul. Pułaskiego 10, 70-322 Szczecin, Poland

* Corresponding author. E-mail: A.Skalski@mchtr.pw.edu.pl

Otrzymano (Received) 05.01.2010

WYKORZYSTANIE BADAŃ REOLOGICZNYCH DO OKREŚLENIA PARAMETRÓW WTRYSKIWANIA KOMPOZYCJI ZAWIERAJĄCYCH PROSZKI METALI

Przedstawiono wyniki badań przygotowania termoplastycznych kompozycji (mas) złożonych ze specjalnego lepiszcza i drobnoziarnistych proszków metalowych. Zaprezentowano również badania reologiczne tak przygotowanych materiałów. Wytwarzane są z nich mikroelementy o wymiarach wyrażonych w dziesiątkach lub setnych mikrometrów dla potrzeb mikrourządzeń lub mikrosystemów. W badaniach zastosowano proszki żelaza i stali kwasoodpornej o ziarnistości 1, 4 i 16 μm . Składnikami lepiszcza były: wosk, polietylen i parafina. Proszki z lepiszczem mieszano w mieszalniku typu 2Z w temperaturze 125°C. W trakcie mieszania rejestrowany był moment mieszania. Pomiar prowadzono do ujednorodnienia się masy. Na podstawie wyników określano maksymalne napełnienie kompozycji proszkiem. Przygotowano masy z napełnieniem proszkami V_p od 45 do 65% obj. Badania lepkości kompozycji przeprowadzono na reometrze obrotowym ARES z głowicą pomiarową w układzie płytka-płytką przy stałej szybkości ścinania i temperaturze 100+140°C. Wykazano, że wraz ze wzrostem napełnienia V_p rośnie moment mieszania oraz lepkość mas. Największą lepkość i moment mieszania uzyskano dla proszków o najmniejszej ziarnistości 1 μm . Wykazano, że wraz ze wzrostem temperatury maleje lepkość kompozycji. Podjęto próbę powiązania lepkości z przebiegiem napełniania mikrokanałów w formie podczas wtryskiwania. Przeprowadzono próby dla wybranego mikrokanału o przekroju 0,077 mm². Wykazano, że ze zmniejszeniem lepkości zdecydowanie rośnie długość drogi wpływania masy do mikrokanałów.

Słowa kluczowe: lepkość, proszki metali, formowanie wtryskowe, napełniacze, termoplastyczne kompozycje, mieszanie

UTILIZATION OF RHEOLOGICAL TESTS FOR DETERMINING OF INJECTION PARAMETERS OF THE COMPOSITIONS CONTAINING METAL POWDERS

This paper presents the results of investigation on the preparation of thermoplastic composition (mass) made of a special binder and fine-grained metal powders. Rheological tests of these materials is also presented. Such compositions are used to manufacture micro parts with dimensions in the tens or hundreds micrometers range for micro systems and micro devices. In this study iron and stainless steel powders with a granularity of 1, 4 and 16 μm were used. Components of the binders were wax, polyethylene and paraffin. Powders with binder were mixed in a blender-type 2Z at 125°C. During the mixing torque of mixing was recorded. The measurement of the torque was carried out up-to homogenisation of the masses. Based on the results maximum powders loading V_p of compositions was determined. During the tests loading of compositions by powders was in the range of 45 to 65% vol. The investigation of compositions viscosity were carried out on ARES rheometer with the measuring head arrangement in plate - plate system at constant shear rate and temperature of 100-140°C. The study has shown that with increasing filling V_p increases the mixing torque and viscosity of the masses. The largest viscosity and mixing torque were obtained for the smallest grain powders of 1 μm . Moreover with increasing temperature decreases the viscosity of the composition. The authors attempted to find out how the viscosity affected the micro channel filling by the masses during injection. The test were carried out for selected micro channel with 0.077 mm² cross-section. It was found that the reduction of viscosity strongly increases the length of the micro channel filling.

Keywords: viscosity, metal powders, injection molding, fillers, thermoplastic compositions, mixing

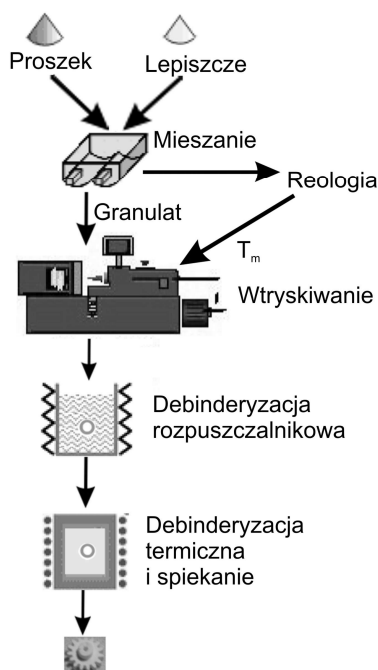
WPROWADZENIE

Do wykonania mikroelementów i mikrostruktur stosuje się obecnie kilka sposobów mikroobróbki, z których najważniejsze obejmują: mikroskrawanie, trawienie technologią LIGA, mikroobróbki erozyjne i laserowe, mikroformowanie plastyczne itd. [1-3].

Jednym z bardziej obiecujących jest formowanie mikroelementów poprzez wtryskiwanie. Taki sposób kształtowania umożliwia wytwarzanie mikroelementów o złożonych kształtach, dużej dokładności, w wielkich

seriach, przy dużej wydajności i konkurencyjności w stosunku do innych sposobów wytwarzania.

Istota procesu wtryskowego formowania elementów z proszków (PIM - Powder Injection Moulding) polega na przygotowaniu masy wtryskowej złożonej ze specjalnego termoplastycznego lepiszcza i proszku, sporządzeniu granulatu i formowaniu kształtek przez wtryskiwanie na wtryskarkach do tworzyw sztucznych [4-6]. Następnie kształtki poddaje się procesowi debinderyzacji, tj. usunięcia lepiszcza, i spiekaniu. Schemat procesu formowania wtryskowego mikroelementów przedstawiono na rysunku 1. Proces formowania wtryskowego mikroelementów - μ PIM lub μ MIM (Micro Powder Injection Moulding, Micro Metal Injection Moulding) jest znacznie trudniejszy niż formowanie wtryskowe makrowyrobów ze względu na małą masę mikroelementów (<0,01 g) i inne warunki termiczne procesu. Konieczne jest stosowanie wtryszarek o specjalnej budowie i działaniu (inny układ plastyfikujący i dozujący materiał).



Rys. 1. Schemat procesu formowania wtryskowego mikroelementów z proszków

Fig. 1. Schematic diagram of the injection moulding of micro parts

W prezentowanej pracy przedstawiono przebieg przygotowania kompozycji wtryskowej oraz ich badania reologiczne. Wyniki badań reologicznych wykorzystano do prognozowania parametrów procesu mieszania i wtryskiwania kompozycji (mas wtryskowych).

BADANE MATERIAŁY

Masa zastosowana do formowania wtryskowego była kompozycją składającą się z termoplastycznego lepiszcza i mikroproszku żelaza lub stali kwasoodpornej. W procesie μ MIM stosuje się wieloskładnikowe lepisz-

cza o zróżnicowanej temperaturze topnienia, parowania i rozkładu poszczególnych komponentów. Jest to konieczne dla bezpiecznego przebiegu debinderyzacji w temperaturze podwyższonej.

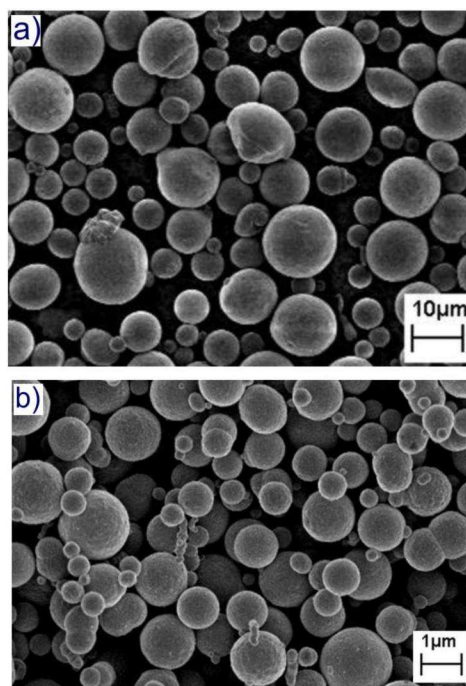
TABELA 1. Skład lepiszcza
TABLE 1. Binder composition

Materiał	Zawartość	Temperatura topnienia
Polietylen wysokociśnieniowy	20%	116°C
Parafina	69%	55°C
Wosk Carnauba	10%	90°C
Kwas stearynowy	1%	63°C

Do badań lepkości zastosowano masy o napełnieniu proszkiem $V_p = 45 \div 60\%$ obj. Stosowano proszki o trzech ziarnistościach, tj. 1, 4 i 16 μm . Kształt cząstek jest kulisty, co wynika z zastosowanej technologii produkcji, tj. rozpylania ciekłego metalu strumieniem obojętnego gazu. Dodatkowo taki kształt proszku jest preferowany w procesie μ MIM. Charakterystykę wybranych proszków zawiera tabela 2, zaś obraz wybranych proszków przedstawiono na rysunku 2.

TABELA 2. Charakterystyka proszków
TABLE 2. Characteristic of powders

Rodzaj proszku	Symbol	Ziarnistość
Stal kwasoodporna	316L	16 μm
Żelazo karbonylkowe	OM	4 μm
Żelazo karbonylkowe	HQ	1 μm



Rys. 2. Badane proszki: a) stali kwasoodpornej 316L, b) żelaza karbonylkowego HQ

Fig. 2. Powders used in the tests: a) stainless steel 316L, b) carbonyl iron HQ

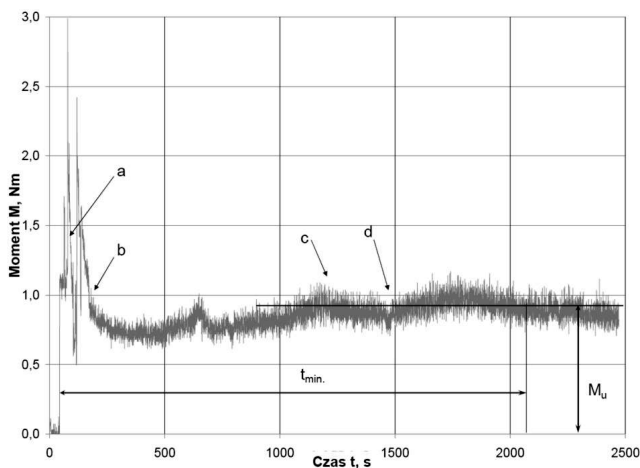
BADANIA PRZEBIEGU MIESZANIA I LEPKOŚCI

Przygotowanie lepiszcza oraz mas wtryskowych złożonych z lepiszcza i proszków prowadzono w mieszalniku 2Z z ogrzewanym płaszczem. W trakcie mieszania prowadzono rejestrację parametrów mieszania: M - momentu mieszania, T_m - temperatury masy oraz t - czasu mieszania. Znajomość tych parametrów pozwala określić, czy składniki zostały właściwie między sobą wymieszane.

Badania reologiczne wytworzonych kompozytów zostały wykonane na skomputeryzowanym reometrze obrotowym ARES, będącym w dyspozycji Instytutu Polimerów Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego. Badanie prowadzono w układzie płytko-płytko. Na stanowisku tym możliwe jest badanie lepkości w funkcji temperatury. Tę zależność wykorzystano do określania temperatury wtryskiwania.

WYNIKI BADAŃ

Na rysunku 3 przedstawiono przykładowy wykres momentu mieszania masy lepiszcze-proszek. Początek mieszania - obszar „a” - charakteryzuje się dużymi wahaniami wartości momentu. Zaznaczyć należy, że jest to stan, w którym do rozpuszczonego lepiszcza wsypano odmierzoną porcję proszku. Obszar „b” kończy zwilżanie proszku przez lepiszcze. Od tej chwili następuje sukcesywne rozpraszanie konglomeratów cząstek proszku, pokrywanie cząstek równomierną warstwą lepiszcza i ujednorodnianie masy.



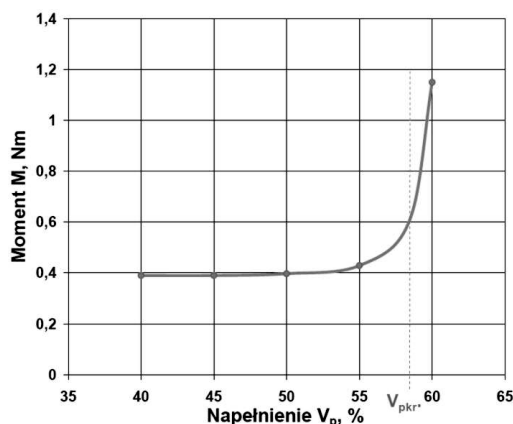
Rys. 3. Wykres momentu mieszania masy złożonej z lepiszcza i proszku OM przy napełnieniu $V_p = 50\%$

Fig. 3. Graph of mixing torque of the mass consisted binder and OM powder at $V_p = 50\%$

Dla ułatwienia porównywania mas w aspekcie ich mieszania wprowadzono dwie charakterystyczne wielkości zaznaczone na wykresie: t_{min} i M_u . Czas t_{min} to okres, po którym nie notuje się dalszego spadku wartości momentu mieszania; M_u to wartość ustalona momentu mieszania, uśredniona. Wahania wartości momentu ozna-

czony literami „c” i „d” wynikają z niedoskonałości systemu termoregulacji, przy czym stan „c” dotyczy okresu dogrzewania masy, zaś stan „d” okresu przerw w grzaniu. Wahania temperatury masy wynosiły $\pm 3^\circ\text{C}$.

W badaniach procesu mieszania zwrócono uwagę na wpływ napełnienia mas proszkiem V_p i temperatury na przebieg mieszania. Przykładowe rezultaty tych badań przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Wpływ napełnienia V_p na moment mieszania M mas z proszkiem OM

Fig. 4. Influence of filling step V_p on mixing torque M of the masses with OM powder

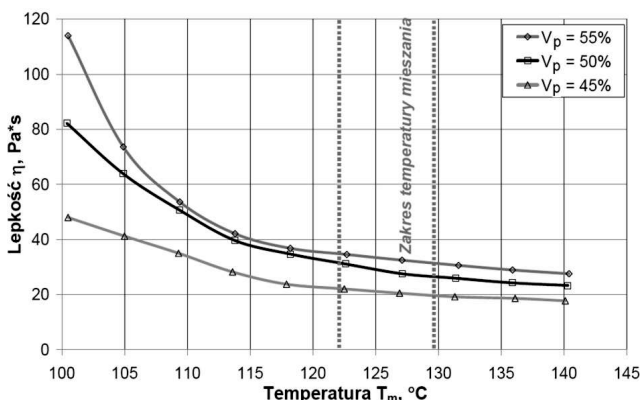
Rysunek 4 dotyczy zmian momentu M w funkcji napełnienia V_p dla masy złożonej z proszku żelaza OM i lepiszcza. Jak widać, do pewnej wartości V_p uznanej za krytyczną wzrost momentu mieszania jest łagodnie rosnący. Dopiero powyżej V_{pkr} rozpoczyna się szybki wzrost momentu. Towarzyszy temu zmiana wyglądu masy z błyszczącej na matową. Jest to wizualny wskaźnik niedoboru lepiszcza w masie. Podobne przebiegi rejestrowano dla innych mas. Rezultaty liczbowe procesu mieszania dla wybranych mas zestawiono w tabeli 3. Warto odnotować, że czas mieszania jest stosunkowo krótki, tj. 30÷60 min.

TABELA 3. Parametry mieszania dla największych wartości V_p
TABLE 3. Mixing parameters for highest V_p value

Lp.	Proszek	V_{pkr} %	M_u Nm	t_{min} min	Temp. $^\circ\text{C}$
1	316L	65	1,10	30	125
2	OM	60	1,14	35	125
3	HQ	60	1,25	40	125

Poziom temperatury mieszania 125°C ma ścisły związek z właściwościami termicznymi poszczególnych składników lepiszcza, a przede wszystkim z ich temperaturą topnienia (mięknienia) (tab. 1). Tak uzyskane masy poddano badaniom reologicznym w celu określenia ich przydatności do formowania wtryskowego. Liczono, że na podstawie badań uda się określić parametry niezbędne do prawidłowego prowadzenia dalszych etapów procesu.

Wpływ temperatury masy na lepkość została przykładowo przedstawiona na rysunku 5. Krzywe dotyczą mas zawierających proszek HQ przy napełnieniu 45, 50 i 55%.

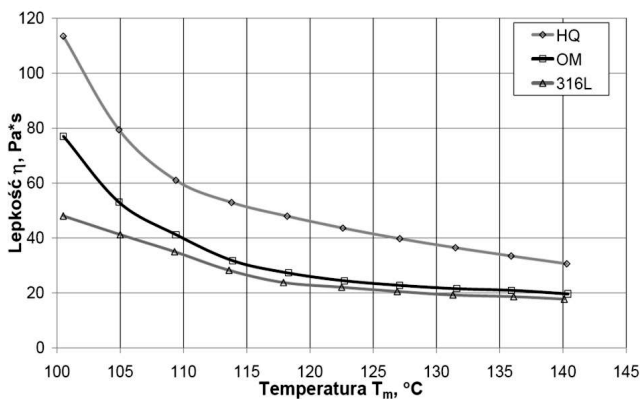


Rys. 5. Wpływ temperatury na lepkość mas o różnym napełnieniu proszkiem HQ (1 μm) przy stałej szybkości ścinania $\dot{\gamma} = 30 \text{ s}^{-1}$

Fig. 5. Influence of temperature on viscosity of the masses filled with HQ powder (1 μm) at constant shear rate of $\dot{\gamma} = 30 \text{ s}^{-1}$

Charakter krzywych dla innych mas jest podobny. W miarę wzrostu temperatury lepkość ulega zdecydowanemu zmniejszeniu. Dla każdej masy można określić wartość temperatury „progowej”, po przekroczeniu której zmiany lepkości są już niewielkie. Jest to faza pełnego stopienia składników łatwo topliwych masy i uplastycznienie zawartego w masie polietylenu (lub stopu PE-parafina). Poza tym „progiem” ustalano zakres temperatury mieszania składników mas. Na rysunku 5 zaznaczono taki zakres dla mas z proszkiem HQ.

Stopień napełnienia mas proszkiem V_p wpływa także istotnie na lepkość mas. Ze wzrostem V_p lepkość mas rośnie. Jest to szczególnie widoczne w zakresie najniższej temperatury badań 100÷105°C. Wpływ ziarnistości proszku na zmianę lepkości mas przedstawiono na rysunku 6.

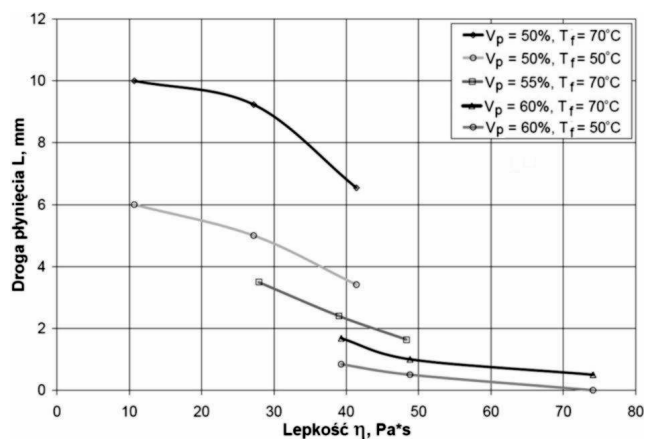


Rys. 6. Wpływ temperatury na lepkość mas z proszkami o różnej ziarnistości przy ustalonej szybkości ścinania $\dot{\gamma} = 30 \text{ s}^{-1}$ i $V_p = 55\%$

Fig. 6. Influence of temperature on viscosity of the masses filled with the powders of different granularity at $\dot{\gamma} = 30 \text{ s}^{-1}$ and $V_p = 55\%$

Porównano masy zawierające wytypowane trzy rodzaje proszków o jednakowym napełnieniu $V_p = 55\%$. Lepkość mas jest tym większa, im drobniejszy zawiera ją proszek. Taki wpływ jest przedstawiony w literaturze dotyczącej kompozytów polimerowych [8] i jest szczególnie widoczny przy napełnieniach submikrometrych i nanometrych.

Lepkość mas zależy także od szybkości ścinania i jest tym mniejsza, im większą zastosowano szybkość ścinania. Te zależności omówiono szczegółowo w [9].



Rys. 7. Zależność drogi płynięcia mas z proszkiem HQ (1 μm) w mikrokanalach o przekroju 0,077 mm² od lepkości mas przy $V_p = 50, 55$ i 60%, $p = 100 \text{ MPa}$, $T_f = 50$ i 70°C

Fig. 7. Dependence of the length of mass flow in micro-channels (0.077 mm²) on viscosity of masses with HQ (1 μm) powder at $V_p = 50, 55$ and 60%, $p = 100 \text{ MPa}$, $T_f = 50$ and 70°C

Do oceny przydatności mas do formowania mikroelementów zaproponowano [7, 10] specjalną procedurę, w której masy wtryskiwano do mikrokanalów o przekrojach od 0,002 do 0,21 mm². Porównano drogę wpływania mas do mikrokanalów w funkcji lepkości (temperatury masy) przy stałej temperaturze formy.

Na rysunku 7 przedstawiono wpływ lepkości mas na napełnianie mikrokanalów. Badaniom poddano masy złożone z lepiszcza i proszku o ziarnistości 1 μm (HQ) w ilości 50, 55 i 60%. Masy wtryskiwano do mikrokanalów o przekroju 0,077 mm² przy wartości ciśnienia wtryskiwania $p = 100 \text{ MPa}$ i temperaturze formy 50°C albo 70°C. Jak widać, wpływ lepkości mas na przebieg napełniania mikrokanalów jest znaczący. Zgodnie z oczekiwaniami, im mniejsza jest lepkość masy, tym łatwiej napełniany jest mikrokanal, a także mikrogniazdo formujące.

Wyniki mieszania oraz badań reologicznych wykorzystano do ustalenia parametrów procesu wtryskiwania, takich jak: T_m - temperatura masy wtryskiwanej, V_p - maksymalne napełnienie masy proszkiem.

WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań lepkości kompozycji termoplastycznych napełnionych proszkami me-

talowymi (mas), przeznaczonych do formowania przez wtryskiwanie, można sformułować następujące wnioski:

- Pomiar momentu mieszania podczas przygotowania mas wnosi informację o stanie mas i ich jednorodności.
- Lepkość mas jest tym większa, im większe jest ich napełnienie proszkami i im mniejsza jest ziarnistość proszków.
- Badania lepkości mas w funkcji temperatury stanowią podstawę do prognozowania warunków termicznych mieszania i wtryskiwania mas.
- Napełnianie mikrokanałów i mikrogniazd w formach masami ma bezpośredni związek z lepkością mas, a pośrednio ze stopniem napełnienia mas proszkiem, ziarnistością użytych proszków i temperaturą mas.

LITERATURA

- [1] Oczos K.E., Micro parts forming - characteristic of micro machining methods, *Mechanik* 1999, 5-6, 309-327 (in Polish).
- [2] Poiter V. i in., Micro powder injection moulding, *EURO PM2000*, Oct. 18-20. 2000, Munich, Germany, vol. PIM, 259-264.
- [3] Hasselbach J. i in., Investigation on the International State of Art of Micro Production Technology, *Euspen Int. Topical Conf.*, Aachen, Germany, May 19-20, 2003, 11-18.
- [4] Piotter V. i in., Micro Powder Injection Moulding - New Developments and Results, *Proc. of the Euro PM 2008 - Powder Injection Moulding*, vol. 2, 331-335.
- [5] Piotter V., Gietzelt T., Merz L., Micro powder - injection moulding of metals and ceramics, *Sadhan* 2003, 28, 1, Febr/Apr., 299-306.
- [6] Imgrund Ph., Haack J., Rota A., Current developments in micro moulding of functional materials, *Proc. of the 7-th Int. Conf. Bremen*, May 2007, 115-118.
- [7] Biało D., Skalski A., Paszkowski L., Specyfikacja procesu formowania mikroelementów z proszków żelaza, *Rudy i Metale Nieżelazne - Metalurgia Proszków* 2008, 4, 241-245.
- [8] Królikowski W., Rostaniec Z., Nanokompozyty polimerowe, *Kompozyty (Composites)* 2004, 4, 3-15.
- [9] Skalski A., Pilawka R., Biało D., Wpływ napełnienia proszkami na lepkość termoplastycznych kompozycji do formowania wtryskowego, *Kompozyty (Composites)* 2009, 3, 214-218.
- [10] Biało D., Skalski A., Paszkowski L., Selected Problems of Micro Injection Moulding of Microelements, *Recent Advances in Mechatronics*, pr. zbiorowa pod red. J. Jabłońskiego, Springer Verlag, Berlin Heidelberg 2007, 370-374.