

## بررسی رفتار رئولوژی خمیر نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا و شکل‌دهی آن به روش قالب‌گیری تزریقی

ساره محمدطاهری<sup>۱\*</sup>، مسعود علیزاده<sup>۱</sup>، ابراهیم قاسمی<sup>۲</sup> و رحیم یزدانی‌راد<sup>۱</sup>

۱- پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج

۲- پژوهشکده علوم و فناوری رنگ

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۱/۰۴/۲۷، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۱/۱۰/۲۶، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۱/۱۱/۰۲

### چکیده

در روش قالب‌گیری تزریقی، رفتار رئولوژی ویژگی مهمی است که روی جریان‌یابی پایدار و پرشدن یکنواخت خمیر قالب‌گیری در داخل قالب اثرگذار است. به این منظور سیستم بایندری متشکل از پارافین واکس، موم و اسید استتاریک انتخاب شده و خواص جریان‌یابی ترکیب دوتایی متشکل از بایندر و پودر نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا با مقادیر مختلف نانوالومینا، در سرعت‌های برشی مختلف و در دمای  $84^{\circ}\text{C}$  بوسیله رئومتر چرخشی و سپس شرایط تزریق و بایندرزدایی خمیر بهینه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که افزودن پودر نانوالومینا تا ۲/۵ درصد وزنی منجر به بهبود خواص رئولوژی خمیر می‌شود. همچنین با بررسی شرایط تزریق خمیر و بایندرزدایی نمونه تزریق شده مشخص شد که دمای  $100^{\circ}\text{C}$  و فشار ۹۰ بار به عنوان دما و فشار تزریق بهینه و بایندرزدایی حرارتی در بستر گرافیت و اتمسفر معمولی به عنوان شرایط مناسب بایندرزدایی می‌باشد.

**واژه‌های کلیدی:** نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا، رفتار رئولوژی، قالب‌گیری تزریقی، بایندرزدایی.

### ۱- مقدمه

حذف این معایب می‌تواند از روش‌های مختلف از جمله آلیاژی کردن یا افزودن فاز ثانویه و تشکیل کامپوزیت استفاده کرد [۲-۴]. یکی از مهمترین ذرات تقویت کننده که به عنوان فاز ثانویه برای بهبود خواص مکانیکی منیزیم به آن افزوده می‌شود آلومینا است. از مهمترین مزایای آلومینا نسبت به سایر تقویت کننده‌های ذره‌ای می‌توان به دمای ذوب، سختی و استحکام بالا، خواص مکانیکی دما بالای مناسب، مقاومت به اکسایش عالی، قیمت پایین، دسترسی آسان و تولید آن در مقیاس صنعتی اشاره کرد [۵،۶]. هر چه اندازه دانه فاز تقویت کننده استفاده شده ریزتر باشد، امکان رسیدن به خواص مکانیکی بهتر، بیشتر

در صنایع مختلف مخصوصاً صنعت حمل و نقل و هوافضا نیاز به مواد جدیدی است که مصرف سوخت و تولید گازهای مضر را کاهش دهند. این مواد باید وزن کمی داشته باشند [۱]. در سال‌های اخیر منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل وزن پایین در صنایع اتومبیل، رایانه، الکترونیک، الکتروشمی و کاربردهایی که کاهش وزن، دارا بودن استحکام ویژه و نسبت سختی به وزن بالا در نظر باشد، به طور گسترده‌ای مورد توجه قرار گرفته است. اما این فلز با داشتن مزایای بسیار، معایبی هم دارد. برای کاهش یا

\* عهده‌دار مکاتبات: ساره محمدطاهری

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی

تلفن: ۰۲۶۳-۶۲۸۰۰۴۶، دورنگار: ۰۲۶۳-۶۲۸۰۰۴۶، پست الکترونیکی: smtaheri64@yahoo.com

گاززدایی و زینتر شده و در نهایت کار مکانیکی - حرارتی مانند اکستروژن روی آنها انجام می‌گیرد [۱۰]. در این روش می‌توان درصد حجمی فاز تقویت کننده را افزایش داد و همچنین می‌توان ریزساختار فازها را کنترل کرد و به توزیع یکنواختی از فاز تقویت کننده در زمینه رسید. همچنین به دلیل پایین بودن دما در این روش، امکان واکنش پودر زمینه و فاز تقویت کننده کاهش می‌یابد [۱۳]. برای تولید پودر کامپوزیت می‌توان از آسیاب مکانیکی استفاده کرد. در این صورت پودر فاز زمینه و ذرات فاز تقویت کننده به داخل آسیاب ریخته می‌شود. سپس در حین عملیات آسیاب، دانه‌های پودر ریزتر شده و توزیع همگنی از فاز ثانویه در داخل زمینه بوجود می‌آید [۱۰]. در تمام روش‌هایی که در ساخت کامپوزیت‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد، فاز تقویت کننده به طور جداگانه، پیش از ساخت کامپوزیت تهیه شده و در هنگام ساخت کامپوزیت به صورت پودر به زمینه اضافه می‌شود. به این گروه از کامپوزیت‌ها، کامپوزیت‌های برون‌جا (Ex-situ) گفته می‌شود [۱۴]. مشکلات این کامپوزیت‌ها عبارتند از [۱۰]:

- ۱- واکنش فصل مشترک زمینه و فاز تقویت کننده که منجر به تشکیل فازهای ترد در فصل مشترک می‌شود.
  - ۲- ترکنندگی ضعیف فاز تقویت کننده توسط زمینه که به دلیل آلودگی‌های روی فاز تقویت کننده منجر به تشکیل پیوند ضعیفی بین زمینه و تقویت کننده می‌شود.
  - ۳- تشکیل آگلومره و خوشه از فاز تقویت کننده که منجر به کاهش خواص مکانیکی کامپوزیت حاصل می‌شود.
- برای رفع مشکلات موجود در کامپوزیت‌های برون‌جا، گروه دیگری از کامپوزیت‌ها به نام درجا (In-situ) معرفی شدند. در این گروه، فازهای تقویت کننده با واکنش شیمیایی بین عناصر موجود در طول تولید کامپوزیت تشکیل می‌شوند. مزایای این کامپوزیت‌ها نسبت به کامپوزیت‌های برون‌جا عبارتند از [۱۰، ۱۴، ۱۵]:

- ۱- پایداری بیشتر فاز تقویت کننده
- ۲- تشکیل فصل مشترک تمیز بین فاز زمینه و تقویت کننده
- ۳- اندازه ریزتر و توزیع یکنواخت‌تر فاز تقویت کننده تشکیل شده که باعث بهبود خواص مکانیکی می‌شود.

وجود دارد [۷]. البته باید به این نکته توجه داشت که تنها استفاده از ذرات در حد نانو باعث رسیدن به خواص ویژه نمی‌شود، بلکه عدم حصول به توزیع ایده‌آل باعث می‌شود تا نانوذرات همانند یک پرکننده میکرونی عمل کنند که این حالت، حتی گاهی اوقات می‌تواند موجب افت شدید خواص هم شود [۸]. یک راه حل مهم برای رفع این مشکل، خشک کردن پودرها قبل از استفاده برای از بین بردن آگلومره‌های احتمالی ناشی از رطوبت و استفاده از آسیاب پراورزی برای رسیدن به توزیع یکنواخت پودر نانو در زمینه قبل از عملیات شکل‌دهی است [۹]. همزمان با توسعه کاربرد منیزیم و آلیاژهای آن در صنایع ذکر شده، روش‌های مختلف شکل‌دهی این مواد مورد بررسی قرار گرفته است. مهمترین چالش در تولید کامپوزیت‌ها، توزیع همگن فازهای تقویت کننده و همچنین ایجاد ریزساختاری بدون عیب است. در ساخت کامپوزیت‌ها، از روش‌های ذوبی یا روش‌های حالت جامد استفاده می‌شود [۱۰]. عمده‌ترین روش‌های حالت مذاب که برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه منیزیم مورد استفاده قرار می‌گیرند، روش‌های ریخته‌گری لرزشی (Stir Casting) و ریخته‌گری فشاری (Squeeze Casting) و غیره است.

ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی به کمک روش‌های ذوبی از نظر اقتصادی مقرون به صرفه است، زیرا امکان تولید اشکال پیچیده با سرعت تولید بالا و هزینه پایین وجود دارد [۱۱]. در این روش‌ها زمینه فلزی در حالت مذاب بوده و فاز تقویت کننده به صورت جامد در داخل فاز مذاب حضور دارد. در روش ریخته‌گری لرزشی فازهای تقویت کننده به طور مکانیکی در داخل فاز مذاب توزیع می‌شوند. این روش برای ساخت کامپوزیت با حدود ۳۰ درصد حجمی فاز تقویت کننده مناسب است [۱۰، ۱۱]. در روش ریخته‌گری فشاری از اعمال فشار به مذاب برای ساخت کامپوزیت استفاده می‌شود.

این روش برای ساخت کامپوزیت با حدود ۴۰-۵۰ درصد حجمی فاز تقویت کننده مناسب است. فشار اعمالی قابل تغییر بوده که در نتیجه بر ریزساختار و ویژگی‌های نهایی کامپوزیت اثرگذار است [۱۲]. از مهمترین روش‌های حالت جامد می‌توان به متالورژی پودر اشاره کرد. در این روش، ابتدا پودرهای فاز زمینه و فاز تقویت کننده مخلوط، پرس،

بررسی‌های رئولوژیکی در این محدوده انجام می‌گردد [۲۲]. بایندرزدایی یک مرحله کلیدی برای یک قالب‌گیری تزریق موفق می‌باشد. قبل از مرحله زینتر قطعه، بایندر می‌بایست از قطعه خارج شود. در بیشتر موارد این مرحله از فرآیند در اندازه و پیچیدگی قطعه محدودیت‌هایی ایجاد می‌کند. بایندرزدایی به دو روش بایندرزدایی با حلال (Solvent Debinding)، بایندرزدایی حرارتی (Thermal Debinding) و یا ترکیبی از این دو روش صورت می‌گیرد [۲۳]. در این تحقیق رفتار رئولوژی خمیرهای نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا برای رسیدن به خوراک مناسب روش قالب‌گیری تزریقی، پارامترهای تزریق و بایندرزدایی مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- مواد اولیه

پودر منیزیم با خلوص ۹۶/۸٪ با متوسط اندازه دانه ۵۳ میکرون و پودر آلومینا با خلوص ۹۹٪ و با متوسط اندازه دانه ۳۰ نانومتر استفاده شده است. سیستم بایندری استفاده شده در این تحقیق متشکل از پارافین واکس، موم صنعتی و اسید استئاریک می‌باشد. برخی از مشخصات اجزای بایندر در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱: برخی از خواص اجزای بایندر.

ماده	چگالی (g/cm <sup>3</sup> )	دمای ذوب (°C)
پارافین واکس	۰/۹۰	۷۵
موم تصفیه شده	۰/۹۶	۶۶
اسید استئاریک	۰/۹۶	۷۱

### ۲-۲- روش کار

#### ۲-۲-۱- بررسی رفتار رئولوژی خمیرهای

##### نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا

برای تهیه خمیر، ابتدا پودر نانوالومینا به مدت ۱ ساعت در دمای °C ۱۱۰ در خشک‌کن قرار داده شد، تا آگلومره‌های احتمالی ناشی از وجود رطوبت هوا از بین بروند. سپس پودر منیزیم و پودر نانوالومینا طبق جدول ۲ توزین و برای پراکنده کردن ذرات آلومینا در زمینه پودر منیزیم، آسیاب سیاره‌ای پر انرژی (PM 400 Retsch) مورد استفاده قرار

از سال ۱۹۸۰ روش قالب‌گیری تزریقی پودر (Powder Injection Molding) که ترکیبی از دو روش متالورژی پودر و قالب‌گیری تزریقی پلاستیک‌ها می‌باشد برای تولید قطعات فلزی و سرامیکی، به عنوان یک فرآیند صنعتی، توسعه یافته است [۱۶]. از مزایای مهم این روش می‌توان به سادگی، هزینه پایین، سرعت فرآیند و امکان تولید اشکال پیچیده و دقیق اشاره کرد. مراحل مختلف ساخت قطعه به این روش تعیین فرمول‌بندی بایندر، تهیه خمیر، تزریق خمیر، بایندرزدایی و زینتر است [۱۷]. یکی از پارامترهای روش قالب‌گیری تزریقی فشار اعمالی است. در این فرآیند سه فشار مختلف وجود دارد [۱۸]:

۱- فشار تزریق

۲- فشار نگهدارنده یا اوتو (Auto)

۳- فشار حفره قالب یا گیره

فشار تزریق یکی از مهمترین پارامترهای تزریق است که از طرف پیستون یا ماردون به خمیر مذاب وارد می‌شود تا قالب را پر کند. فشار نگهدارنده یا اوتو فشاری است که مدتی پس از تزریق خمیر به قالب، پشت قالب نگه داشته می‌شود تا اگر حفره انجمادی در قطعه بوجود آمد کمبود مذاب را جبران کند. تا زمانی که راهگاه منجمد نشده، تغییر مقدار و جهت فشار نگهدارنده روی فشار داخل قالب اثرگذار است [۱۸]. دمای دیواره قالب هم پارامتر دیگری در فرآیند قالب‌گیری تزریقی است که روی کیفیت بهینه، پایداری ابعادی، امکان تولید مجدد قطعه و هزینه فرآیند اثرگذار است. در عمل دمای قالب را با جریان دادن آب داخل کانال‌های موجود در دیواره قالب در دمای ثابتی زیر نقطه نرم‌شوندگی یا ذوب مواد نگه می‌دارند [۱۸]. بررسی رفتار رئولوژی (Rheological Behavior) خمیر برای تولید قطعه مناسب و با کیفیت بالا از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. گرانیوی مهمترین پارامتری است که می‌توان از روی آن در مورد رفتار سیالیت خمیر نظر داد. این خاصیت در رفتار پرکنندگی خمیر موثر است [۱۹،۲۰]. پر شدن یکنواخت خمیر قالب‌گیری در داخل قالب به جریان‌یابی ویسکوز مخلوط به داخل حفره بستگی دارد که این امر نیازمند ویژگی‌های رئولوژیکی مشخصی می‌باشد [۲۱]. سرعت برشی در دهانه راهگاه قالب معمولاً در محدوده  $1000\text{ s}^{-1}$  تا  $100\text{ s}^{-1}$  می‌باشد. به همین دلیل بسیاری از

جدول ۲: ترکیب و درصد وزنی پودر و بایندر استفاده شده برای بررسی اثر نانوالومینا.

کد نمونه	درصد وزنی بایندر (۳۳ درصد وزنی)			درصد وزنی پودر (۶۷ درصد وزنی)	
	پارافین واکس	موم	اسیداستئاریک	نانوالومینا	منیزیم
MA (0)	۸۴	۱۰	۶	۰	۱۰۰
MA (1)-n	۸۴	۱۰	۶	۱	۹۹
MA (2.5)-n	۸۴	۱۰	۶	۲/۵	۹۷/۵
MA (5)-n	۸۴	۱۰	۶	۵	۹۵
MA (10)-n	۸۴	۱۰	۶	۱۰	۹۰

تزریق، که پارامتر مهمی در این روش می‌باشد، از محدوده ۶۰ تا ۱۲۰ بار استفاده شد.

### ۲-۳-۲- بایندرزدایی

برای بایندرزدایی نمونه‌های تزریق شده از روش بایندرزدایی حرارتی استفاده شد. سیکل بایندرزدایی با توجه به منحنی آنالیز حرارتی انجام شده روی خمیر حاوی ۳۳ درصد وزنی بایندر تعیین شد. به منظور بررسی اثر اتمسفر کوره و بستر بایندرزدایی از دو اتمسفر معمولی و گاز آرگون و دو بستر گرافیت و آلومینا و قایقک آلومینیایی با حجم حدود ۱۰ برابر حجم نمونه تزریق شده استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی رفتار رئولوژی خمیرهای نانوکامپوزیت

##### منیزیم-آلومینا

##### ۳-۱-۱- اثر مقدار و نحوه تغییرات گرانیوی خمیر

با توجه به دمای ذوب اجزای بایندر حداقل دمای کاری خمیر  $75^{\circ}\text{C}$  می‌باشد. برای بدست آوردن حداکثر دمای کاری و سیکل بایندرزدایی از آنالیز حرارتی همزمان (شکل ۱) استفاده گردید که طبق این آنالیز از دمای حدود  $200^{\circ}\text{C}$  بایندر شروع به تجزیه شدن کرده و وزن خمیر کاهش می‌یابد. بنابراین دمای تزریق خمیر باید در محدوده  $75^{\circ}\text{C}$  تا  $200^{\circ}\text{C}$  باشد. در شکل ۲ منحنی تغییرات گرانیوی بر حسب سرعت برشی برای نمونه‌های جدول ۲ گزارش شده است. همانطور که در شکل ۲ دیده می‌شود

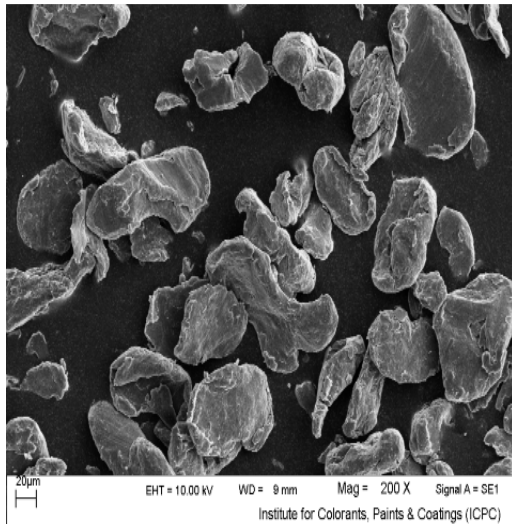
گرفت. برای این منظور، ترکیب دو پودر در کاپ‌های فولادی با نسبت گلوله به پودر ۱:۱۰ تحت اتمسفر آرگون با سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه و به مدت یک ساعت در داخل آسیاب قرار داده شدند. برای تعیین دمای کاری خمیر و سیکل بایندرزدایی، از آنالیز حرارتی همزمان (STA) با سرعت گرمایش  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  و اتمسفر معمولی استفاده شد. پس از خروج ترکیب پودری از آسیاب، بایندر و پودر نانوکامپوزیت حاصل با نسبت ۳۳ درصد وزنی بایندر و ۶۷ درصد وزنی پودر نانوکامپوزیت، به مدت ۱ ساعت در دمای  $90^{\circ}\text{C}$  توسط همزن حرارتی، مخلوط شدند. سپس رفتار رئولوژی خمیرهای آماده شده با استفاده از دستگاه رئومتر چرخشی (Anton Paar (Physica MCR 301)) در سرعت‌های برشی  $1000-10\text{ s}^{-1}$  و در دمای  $84^{\circ}\text{C}$  مورد بررسی قرار گرفت.

#### ۲-۲-۲- بررسی شرایط آماده‌سازی و تزریق خمیر

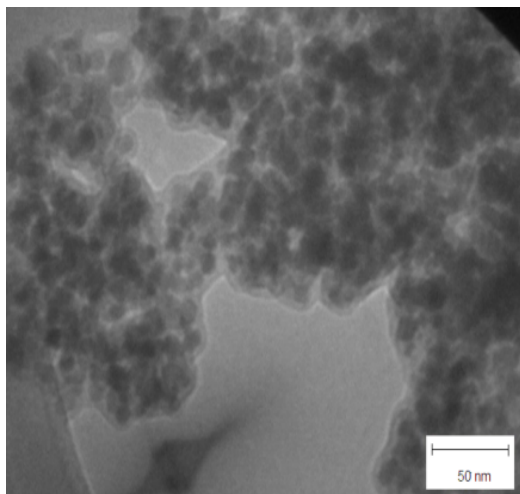
##### نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا

پس از انتخاب درصد بهینه نانوالومینا از روی رفتار رئولوژی، برای آماده‌سازی خمیر همگن از مخلوط‌کن داخلی ساخت شرکت آلمانی Brabender با گنجایش ۶۰ cc با سرعت هم‌زدن ۶۰ دور بر دقیقه استفاده شد. خوراک یا ماده اولیه دستگاه، گرانول‌های بدست آمده از خمیر آماده شده می‌باشند که پس از آماده‌سازی، به دستگاه قالب‌گیری تزریق شدند. از دستگاه قالب‌گیری تزریقی تمام اتوماتیک مدل ماردونی ساخت شرکت تجهیز سرام برای تزریق نمونه‌ها استفاده شد. برای تعیین فشار

شکل ۳ دیده می‌شود، ذرات منیزیم بی‌شکل و گوشه‌دار بوده و ممکن است به دلیل تغییر موقعیت این ذرات بی‌شکل نسبت به هم و قفل شدن آنها در هم گرانروی افزایش یافته باشد.



(الف)

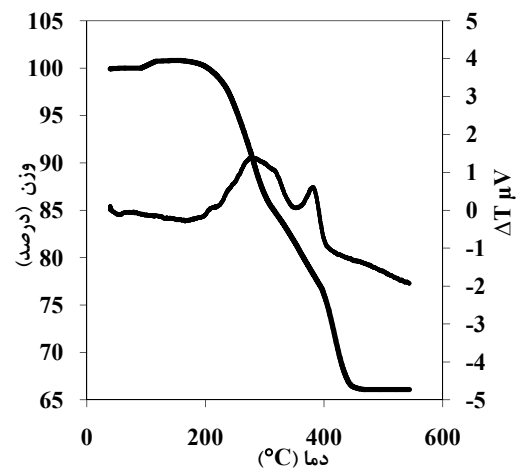


(ب)

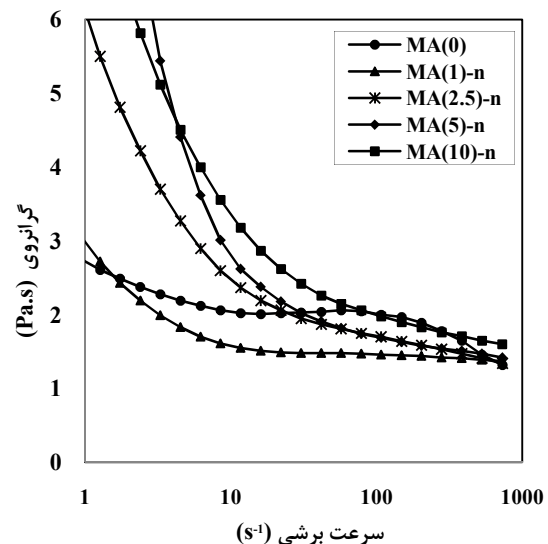
شکل ۳: الف) تصویر SEM پودر منیزیم و ب) تصویر TEM پودر آلومینا.

مجدداً با افزایش بیشتر سرعت برشی ( $1000-100$ ) در شکل ۲ این توده‌های بهم تنیده شکسته شده و گرانروی کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد دلیل افزایش گرانروی این خمیر با افزایش سرعت برشی تا  $100$   $s^{-1}$  قفل شدن ذرات بی‌شکل منیزیم در هم باشد که با افزایش سرعت برشی این توده‌های بهم تنیده شده شکسته شده و گرانروی کاهش می‌یابد. با افزودن پودر نانوالومینا به مقدار کم

تمامی نمونه‌ها در محدوده سرعت برشی  $1000-100$  رفتار شبه پلاستیک نشان می‌دهند. در خمیر حاوی منیزیم و بایندر در سرعت‌های برشی خیلی پایین ( $10^{-1}$ ) یک کاهش ناگهانی گرانروی وجود دارد که نشان دهنده وجود ساختارهای ضعیف در ترکیب و شکسته شدن آنها با افزایش سرعت برشی می‌باشد و افزایش سرعت برشی ( $100-10$ ) منجر به افزایش جزئی در گرانروی خمیر می‌شود.



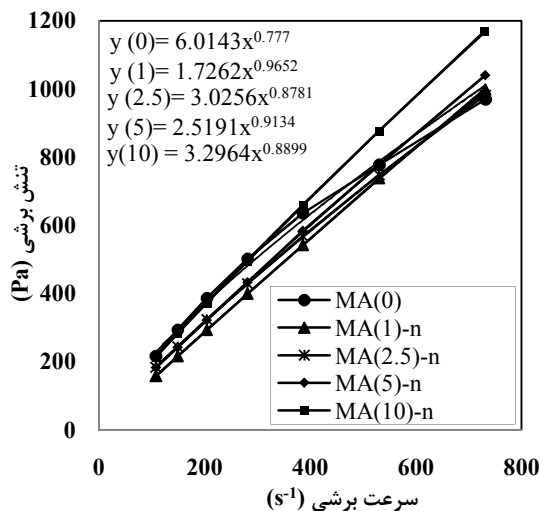
شکل ۱: منحنی STA خمیر منیزیم- نانوالومینا و بایندر با نسبت وزنی پودر به بایندر ۶۷ به ۳۳.



شکل ۲: منحنی تغییرات گرانروی بر حسب سرعت برشی.

در شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودر منیزیم و تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) آلومینا نشان داده شده است. همانطور که در

مقادیر  $n$  نشان دهنده این موضوع هستند که با افزودن پودر نانوالومینا حساسیت گرانبوی به سرعت برشی افزایش می‌یابد.



شکل ۴: نحوه محاسبه مقدار  $n$ .

جدول ۳: مقادیر  $n$  بدست آمده برای خمیرهای حاوی درصد‌های مختلف نانوالومینا.

n	کد نمونه
۰٫۷۷	MA(0)
۰٫۹۶	MA(1)-n
۰٫۸۸	MA(2.5)-n
۰٫۹۱	MA(5)-n
۰٫۸۹	MA(10)-n

### ۳-۱-۳- اثر دما روی گرانبوی خمیر

دما پارامتر موثر دیگری است که روی گرانبوی و رفتار رئولوژی خمیر اثرگذار است [۱۹، ۲۵]. در رابطه ۲ مقدار  $E$  بیانگر انرژی اکتیواسیون خمیر و اثر دما روی گرانبوی است.

$$\eta = \eta_0 \exp\left(\frac{E}{RT}\right) \quad (2)$$

در این رابطه،  $\eta_0$  گرانبوی مرجع،  $E$  انرژی فعال‌سازی (Activation Energy)،  $T$  دما و  $R$  ثابت جهانی گازها است. مقدار  $E$  که از شیب منحنی تغییرات گرانبوی بر حسب عکس دما بدست می‌آید، نشان دهنده حساسیت

(۱ درصد وزنی) تغییری در رفتار رئولوژی خمیر نسبت به حالت منیزیم خالص - بایندر دیده نمی‌شود و فقط مقدار گرانبوی به طور قابل توجهی کاهش می‌یابد. با افزایش مقدار نانوالومینا گرانبوی افزایش می‌یابد و رفتار خمیرها در تمام سرعت‌های برشی شبه پلاستیک می‌شود. در مقادیر کم از پودر آلومینای نانومتری، ذرات کروی شکل نانوالومینا (شکل ۳)، از طریق کاهش اصطکاک بین ذرات، شرایط لغزش آسان را فراهم می‌کنند. اما در مقادیر بالای پودر آلومینای نانومتری برهم‌کنش بین ذرات افزایش یافته و احتمال تشکیل آگلومره‌های مکانی وجود دارد. همچنین با توجه به اینکه نسبت سطح به حجم با کاهش سایز ذرات کاهش می‌یابد، با افزایش درصد پودر نانو جذب بایندر افزایش یافته و گرانبوی خمیر بالا می‌رود.

### ۳-۱-۲- اثر سرعت برشی بر گرانبوی خمیر

برای سیال شبه پلاستیک، رابطه‌ای به شرح زیر معروف به رابطه نمایی وجود دارد:

$$\tau = K\gamma^n \quad (1)$$

در این رابطه،  $\tau$  تنش برشی،  $\gamma$  سرعت برشی،  $K$  مقدار ثابت و  $n$  توان سیلان است و برای سیال شبه پلاستیک کمتر از ۱ می‌باشد. مقدار  $n$  در واقع میزان حساسیت گرانبوی به تغییرات سرعت برشی را نشان می‌دهد [۱۸]. رفتار شبه پلاستیک، مطلوب‌ترین رفتار برای فرآیند قالب‌گیری تزریقی به شمار می‌رود. زیرا هنگامی که خمیر به سر نازل دستگاه قالب‌گیری تزریقی نزدیک می‌شود، گرانبوی خمیر کاهش می‌یابد و هنگامی که قالب پر می‌شود، گرانبوی خمیر افزایش می‌یابد [۲۴]. در شکل ۴ تغییرات سرعت برشی بر حسب تنش برشی و در جدول ۳ مقادیر  $n$  نمونه‌ها آورده شده است. با توجه به جدول ۳ با افزودن پودر نانوالومینا مقدار  $n$  افزایش می‌یابد که نشان دهنده دور شدن خمیرها از رفتار شبه پلاستیک و نزدیک شدن به رفتار نیوتنی است. مقدار  $n$  با افزودن ۱ درصد وزنی نانوالومینا افزایش قابل توجهی داشته و با افزایش درصد نانوالومینا در خمیرهای حاوی آلومینا، تغییر چشمگیری در مقدار  $n$  دیده نمی‌شود.

نشان دهنده اثر موثر پودر نانوالومینا است، ولی با افزایش درصد نانوالومینا در ترکیب خمیرهای حاوی پودر نانوالومینا، اختلاف قابل توجهی بین مقادیر E دیده نمی‌شود.

جدول ۴: مقادیر E بدست آمده برای خمیرهای حاوی درصدهای مختلف نانوالومینا.

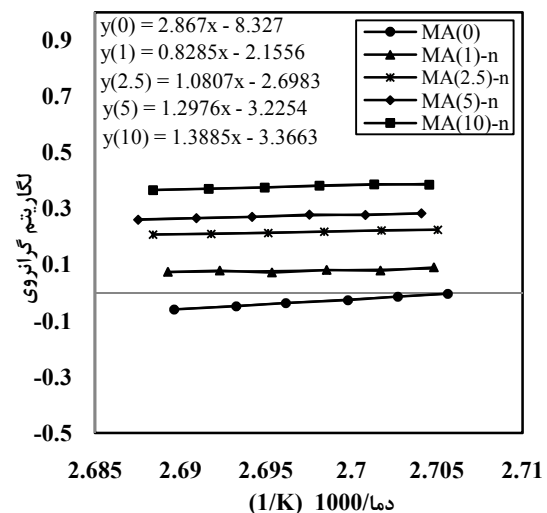
کد نمونه	E
MA(0)	۲۳/۷۷
MA(1)-n	۶/۸۲
MA(2.5)-n	۸/۹۸
MA(5)-n	۱۰/۷۲
MA(10)-n	۱۱/۴۷

با توجه به مقادیر گرانیوی و نحوه تغییرات آن با سرعت برشی، مقادیر n و E و با توجه به مطالعات انجام گرفته شده روی خواص مکانیکی این نانوکامپوزیت [۲۶،۲۷]، می‌توان نتیجه گرفت که خمیر حاوی ۲/۵ درصد وزنی نانوالومینا، خمیر مناسبی برای شکل‌دهی به روش قالب‌گیری تزریقی می‌باشد.

### ۲-۳- بررسی شرایط آماده‌سازی و تزریق خمیر نانوکامپوزیت منیزیم-آلومینا

به منظور تهیه خمیر همگن پس از توزین اجزای بایندر (۸۴ درصد پارافین واکس، ۱۰ درصد موم تصفیه شده و ۶ درصد اسید استئاریک) و پودر نانوکامپوزیت (۹۷/۵ درصد منیزیم و ۲/۵ درصد نانوالومینا)، از مخلوط‌کن داخلی (Internal Mixer) استفاده شد. منحنی گشتاور بر حسب زمان بدست آمده از مخلوط‌کن در حین عملیات مخلوط کردن این خمیر در شکل ۶ آورده شده است. ناحیه اول افزایش گشتاور در شکل ۶، مربوط به افزودن بایندر به محفظه مخلوط‌کن و ذوب شدن آن و ناحیه دوم افزایش گشتاور مربوط به افزودن پودر به بایندر است. همانطور که در شکل ۶ دیده می‌شود منحنی پس از مدت ۱۲/۴۹ دقیقه در گشتاور ۰/۱۴ N.m به صورت خط مستقیم درآمد که نشان دهنده همگن شدن ترکیب پودر و بایندر است. پس از آماده‌سازی خمیر و سرد شدن آن، خمیر به صورت قطعات کوچک به عنوان ماده اولیه دستگاه تزریق درآورده شد.

گرانیوی سیال به تغییرات دما می‌باشد. هر چه مقدار E کمتر باشد، حساسیت گرانیوی به دما کمتر بوده و تغییر کوچکی در دمای تزریق، منجر به تغییر ناگهانی در گرانیوی نمی‌شود. تغییر ناگهانی گرانیوی منجر به ایجاد تمرکز تنش شده و منبع ایجاد ترک و سایر عیوب در قطعه شود [۱۹،۲۵]. در بایندهای آلی حساسیت گرانیوی به تغییرات دمایی بالا است. افزودن پودر به این بایندها منجر به کاهش حساسیت دمایی گرانیوی می‌گردد. این بدان معنا است که با افزایش نسبت پودر به بایندر، می‌توان قالب‌گیری تزریقی را در محدوده وسیع‌تری از دما انجام داد [۱۹]. در شکل ۵ تغییرات لگاریتم گرانیوی بر حسب دما/۱۰۰۰ نشان داده شده است. با توجه به مطالعات انجام گرفته از سرعت برشی ثابت  $100 \text{ s}^{-1}$  برای بررسی اثر دما استفاده شد [۱۹،۲۵].



شکل ۵: نحوه محاسبه مقدار E برای بررسی اثر نانوالومینا.

با توجه به شکل ۵ و رابطه ۲ مقادیر E محاسبه شده و در جدول ۴ گزارش شده است. با افزودن پودر آلومینا به دلیل افزایش درصد ذرات کوچکتر در خمیر، مسیر انتقال حرارت و در نتیجه مقدار E کاهش می‌یابد که نشان دهنده کاهش میزان حساسیت گرانیوی خمیرها به تغییرات دمایی است. مقادیر E نشان دهنده این موضوع هستند که با افزودن پودر آلومینا شرایط خمیر برای قالب‌گیری تزریقی بهتر می‌شود. همانطور که در جدول ۴ دیده می‌شود با افزودن پودر نانوالومینا به ترکیب خمیر کاهش قابل توجهی در مقدار E دیده می‌شود، که



ذوب بایندر و پائین تر از دمای تجزیه آن باشد که طبق منحنی آنالیز حرارتی بایندر  $100^{\circ}\text{C}$  تنظیم شد. در حین تزریق فشار گیره و فشار نگهدارنده ثابت و به ترتیب ۱۰۰ و ۵۵ بار و فشار تزریق متغیر و از ۶۰ تا ۱۲۰ بار به فاصله ۱۵ بار از هم تنظیم شد. در فشارهای ۶۰ و ۷۵ بار قالب به طور کامل پر نشده و در فشار ۱۲۰ بار خمیر از درزهای قالب به بیرون نفوذ کرده و در قطعه ترک دیده می‌شد. از سوی دیگر با مقایسه وزن نمونه‌های تزریق شده در فشارهای ۹۰ و ۱۰۵ بار، معلوم شد که وزن نمونه تزریق شده در فشار ۹۰ بار بالاتر از وزن نمونه‌های تزریق شده در سایر فشارها است که می‌تواند نشان دهنده عدم وجود حفره یا کمتر بودن حفره در این نمونه باشد. البته با شکستن نمونه‌های تزریق شده در فشارهای مختلف و بررسی سطح مقطع آنها هم مشخص شد که در نمونه تزریق شده در فشار ۹۰ بار اثری از حفرات درشت انجمادی (ناشی از انجماد سریع و سرد بودن قالب) و حفرات ریز و پراکنده (ناشی از تولید و خروج گاز در قطعه) دیده نمی‌شود. به همین دلیل ۹۰ بار به عنوان فشار مناسب تزریق انتخاب شد (شکل‌های ۸ و ۹).



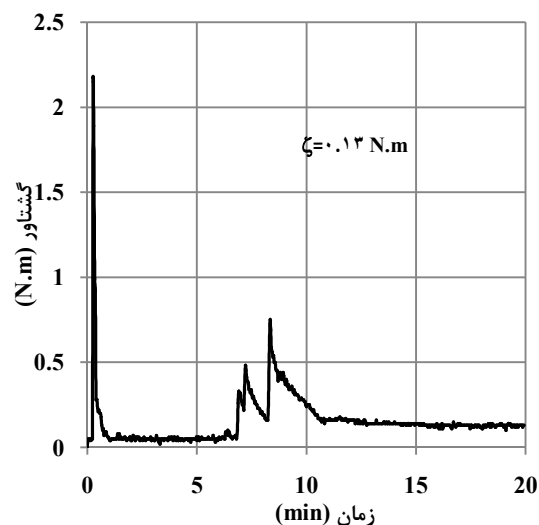
(الف)



(ب)

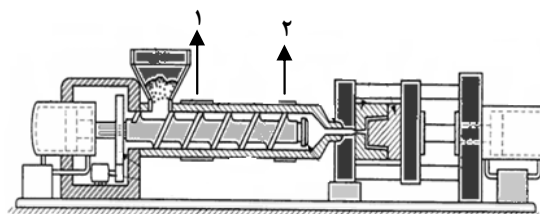
شکل ۸: سطح مقطع، الف) نمونه معیوب با حفرات درشت و ب) نمونه سالم.

خروج قطعه از قالب سه مرحله دارد که در ابتدا دو قسمت قالب از هم باز می‌شوند که با ۵۰ درصد سرعت ماکزیمم انجام می‌گیرد.



شکل ۶: منحنی گشتاور- زمان برای تعیین زمان مخلوط کردن و همگنی خمیر.

تصویر شماتیک دستگاه قالب‌گیری تزریقی استفاده شده در این تحقیق در شکل ۷ آورده شده است. همانطور که در این شکل نشان داده شده است، در دستگاه تزریق استفاده شده، دو هیتر برای تامین گرما تعبیه شده است.

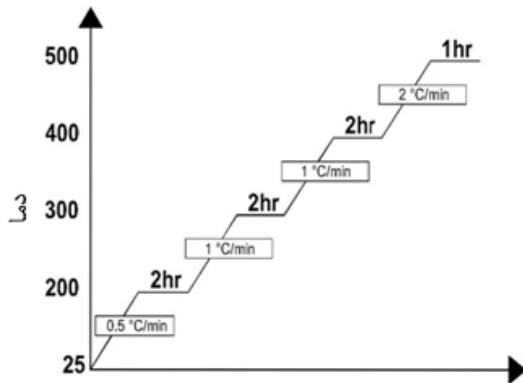


شکل ۷: نمایش محل هیترها در دستگاه تزریق استفاده شده.

هیتر ۱ که نزدیک محل بارگیری خوراک دستگاه است باید دمای کمتری نسبت به هیتر ۲ که نزدیک محل تزریق خمیر به قالب است، داشته باشد. اگر دمای هیتر ۱ بالا باشد و خوراک دستگاه در آن ناحیه خمیری یا ذوب شود، عملیات بارگیری به درستی انجام نمی‌گیرد و در این شرایط برای انجام بارگیری باید دمای هیتر ۲ خیلی بالا باشد که این دمای بالا هم ممکن است منجر به جدایش پودر از بایندر و یا تبخیر بایندر شود. با توجه به اینکه دمای خمیری شدن ترکیب آماده شده پائین است و به دلیل اصطکاک دستگاه در ناحیه ۱ دمای این ناحیه تا حدودی بالا می‌رود، در حین کار برای سهولت بارگیری هیتر ۱ خاموش گردید. دمای هیتر ۲، باید بالاتر از دمای



می‌رسد که اکسیژن کافی برای سوختن کربن موجود در بایندر وجود نداشته و کربن به صورت ناقص سوخته و روی سطح نمونه دوده نشسته است.



شکل ۱۰: سیکل بایندرزدایی حرارتی استفاده شده.

پس می‌توان نتیجه گرفت که برای بایندرزدایی این سیستم بایندری، اتمسفر معمولی مناسب‌تر از اتمسفر آرگون است. ضمناً، بایندرزدایی نمونه‌ها در دو بستر مختلف آلومینا و گرافیت هم انجام شد. هدف از بکارگیری بستر، حفظ شکل ظاهری قطعه و تشکیل لوله‌های موئین برای خروج بهتر بایندر است. نتایج نشان داد که سطح نمونه دفن شده در بستر آلومینایی پوسته‌ای محکم تشکیل شده که به نظر می‌رسد آلومینای بستر با بایندر ترکیب شده و این پوسته را تشکیل داده است و راه خروج بایندر مسدود شده است.

اما نمونه دفن شده در بستر گرافیتی بدون عیب بایندرزدایی شده و به همین دلیل بستر گرافیتی برای نمونه‌ها مناسب‌تر است. برای محاسبه درصد کاهش وزن و حجم نمونه‌ها بعد از بایندرزدایی، وزن و ابعاد قطعه‌ای از نمونه تزریق شده در فشار ۹۰ بار و دمای ۱۰۰ °C قبل و بعد از بایندرزدایی اندازه‌گیری شده و در جدول ۵ آورده شده است.

نمونه بایندرزدایی شده ۳۳/۰۴ درصد کاهش وزن داشته که با وجود ۳۳ درصد بایندر در ترکیب سازگاری دارد و نشان دهنده این است که کل بایندر موجود از نمونه خارج شده است. همچنین نمونه بایندرزدایی شده ۳/۲ درصد کاهش حجم داشته است.



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۹: نمونه‌های تزریق شده در دمای ۱۰۰ °C، (الف) فشار ۹۰ بار، (ب) فشار ۷۵ بار و (ج) فشار ۶۰ بار.

سپس پران‌های قالب بیرون می‌آیند که با ۳۶ درصد سرعت ماکزیمم صورت گرفت و در انتهای ضربه نهایی برای خروج قطعه از قالب به آن وارد می‌شود که با ۳۰ درصد سرعت ماکزیمم دستگاه انجام گرفت.

### ۳-۳- بررسی شرایط بایندرزدایی

با توجه به نقطه ذوب اجزای بایندر، در زیر دمای ۲۰۰ °C ترکیب حالت خمیری دارد و طبق منحنی STA (شکل ۱)، در این دما کاهش وزن به آهستگی شروع می‌شود. همچنین دو پیک قابل توجه در دماهای حدود ۳۰۰ °C و ۴۰۰ °C دیده می‌شود، که نشان‌دهنده وجود یک فرآیند گرماگیر تجزیه و خروج اجزای بایندر است.

با توجه به اینکه تا حدود دمای ۴۰۰ °C کاهش وزن نمونه با وزن بایندر موجود در ترکیب مساوی است می‌توان نتیجه گرفت که تا این دما بایندر به طور کامل خارج شده است. با توجه به دماهای بدست آمده و با توجه به اینکه در مراحل اولیه بایندرزدایی باید سرعت گرمایش پایین باشد، بر این اساس از سیکل بایندرزدایی مطابق با شکل ۱۰ برای بایندرزدایی نمونه‌ها استفاده شد. دو اتمسفر مختلف آرگون و اتمسفر معمولی برای محیط کوره استفاده شد که نتایج نشان داد که نمونه بایندرزدایی شده در اتمسفر تحت کنترل آرگون کاملاً سیاه شد و به نظر

- and *Engineering A*, **519**, 2009, 198.
- [2] H.E. Friedrich, B.L. Mordike, "*Magnesium Technology*", Springer, 2006.
- [3] Y.V. Prasad, K.P. Rao, M. Gupta, *Composites Science and Technology*, **69**, 2009, 1070.
- [4] Q. Nguyen, M. Gupta, *Journal of Alloys and Compounds*, **490**, 2010, 382.
- [۵] سید سلمان رضوی طوسی، "بررسی عوامل موثر بر تولید کامپوزیت نانو ساختار آلومینیوم-آلومینا در حالت جامد"، پایان نامه کارشناسی ارشد، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ۱۳۸۶.
- [6] S.F. Hassan, M. Gupta, *Journal of Alloys and Compounds*, **457**, 2008, 244.
- [7] A. Mannschatz, S. Hohn, T. Moritz, *European Ceramic Society*, **30**, 2010, 2827.
- [8] W. Zhao-hui, W. Xu-dong, Z. Yu-xin, D. Wen-bo, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, **20**, 2010, 1029.
- [9] K.S. Tun, M. Gupta, *Journal of Alloys and Compounds*, **466**, 2008, 140.
- [۱۰] اسماعیل صلاحی، ماندانا شیخانی، محمد کبیری و مهدی حبیبی، "سنتر نانو کامپوزیت پایه منیزیم به کمک روش آلیاژسازی مکانیکی و بررسی ویژگی های آن"، پروژه داخلی، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ۱۳۸۸.
- [11] K.K. Deng, K. Wu, Y.W. Wu, B. Nie, M.Y. Zheng, *Alloys and Compounds*, **504**, 2010, 542.
- [12] H.Z. Ye, X.Y. Liu, *Materials Science*, **39**, 2004, 6153.
- [13] Q.C. Jiang, H.Y. Wang, B.X. Ma, Y. Wang, F. Zhao, *Alloys and Compounds*, **386**, 2005, 177.
- [14] Z. Song-li, Z. Yu-tao, C. Gang, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, **20**, 2010, 2096.
- [15] S. Supriadi, E.R. Baek, C.J. Choi, B.T. Lee, *Materials Processing Technology*, **187**, 2007, 270.
- [16] C. Jigui, W. Lei, C. Yanbo, Z. Jinchuan, S. Peng, D. Jie, *Materials Processing Technology*, **210**, 2010, 137.
- [17] M.E. Sotomayor, A. Varez, B. Levenfeld, *Powder Technology*, **200**, 2010, 30.
- [18] B.C. Mutsuddy, R.G. Ford, "*Ceramic Injection Molding*", Chapman and Hall, 1995.
- [19] Y. Li, L. Li, K.A. Khalil, *Journal of Materials Processing Technology*, **183**, 2007, 432.
- [20] M.T. Zaky, F.S. Soliman, A.S. Farag, *Journal of Materials Processing Technology*, **209**, 2009, 5981.
- [21] G. Aggarwal, S. Jin Park, I. Smid, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, **24**, 2006, 253.
- [22] D. Li, H. Hou, Z. Tan, K. Lee, *Advanced Powder Technology*, **20**, 2009, 480.
- [23] M. Trunec, J. Cihlar, *Journal of the European Ceramic Society*, **22**, 2002, 2231.
- [24] P. Thomas-Vielma, *Journal of the European Ceramic Society*, **28**, 2008, 763.
- [25] B. Huang, S. Liang, X. Qu, *Journal of Materials Processing Technology*, **137**, 2003, 132.
- [26] M.J. Tan, M. Gupta, S.F. Hassan, *Materials Science and Engineering A*, **486**, 2008, 56.
- [27] S.F. Hassan, M. Gupta, *Journal of Alloys and Compounds*, **419**, 2006, 84.

جدول ۵: ابعاد و وزن نمونه قبل و بعد از بایندرزدایی.

ضخامت (cm)	عرض (cm)	طول (cm)	وزن (g)	
۵/۸۹	۱۱/۷۲	۱۲/۶۵	۱/۱۵	قبل از بایندرزدایی
۵/۸۱	۱۱/۵۸	۱۲/۵۶	۰/۷۷	بعد از بایندرزدایی

#### ۴- نتیجه گیری

- به طور کلی می توان نتیجه گرفت با افزودن پودر نانوالومینا، گرانروی و انرژی اکتیواسیون خمیرها نسبت به خمیر حاوی منیزیم و بایندر کاهش می یابد که موجب بهبود شرایط قالب گیری تزریقی می شود. همچنین در مورد ضریب سیلان تغییر چشمگیری مشاهده نمی شود. می توان نتیجه گرفت که ضریب سیلان بیشتر به ویژگی های سیستم بایندری استفاده شده و انرژی اکتیواسیون به ویژگی های پودر استفاده شده بستگی دارد که با مطالعات انجام گرفته در این زمینه [۲۳] هم سازگاری دارد.

- ۲/۵ درصد وزنی پودر نانوالومینا به عنوان فاز تقویت کننده بهترین رفتار رئولوژی را در بین خمیرهای حاوی نانوالومینا از خود نشان می دهد.

- دمای °C ۱۰۰ و فشار ۹۰ بار به عنوان دما و فشار مناسب تزریق می باشد.

- روش بایندرزدایی حرارتی دربستر گرافیتی و اتمسفر معمولی، روش مناسبی برای خروج بایندر بدون ایجاد ترک و اعوجاج در نمونه می باشد.

#### مراجع

- [1] M. Habibnejad, R. Mahmudi, W. Poole, *Materials Science*