

مقاله پژوهشی

بهینه‌سازی فرآیند چسب‌زدایی در قالب‌گیری تزریقی پودرهای نانو/میکرو سیلیس آمورف و زیرکن: تحلیل تجربی و مدلسازی

علی عسکری^{۱*} و محمدرضا رحیمی‌پور^{۲*}

۱- گروه مهندسی مکانیک، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران

۲- پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۴۰۳/۰۷/۱۸، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۴۰۳/۰۹/۲۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۴۰۳/۱۱/۲۱

چکیده

فرآیند قالب‌گیری تزریقی پودر سرامیک (CIM) یکی از روش‌های تولید قطعات پیچیده در صنایع مختلف است. چسب‌زدایی، به‌عنوان مرحله‌ای کلیدی، بر کیفیت نهایی قطعات تأثیر به‌سزایی دارد. در این پژوهش، بهینه‌سازی چسب‌زدایی در قالب‌گیری تزریقی نانو/میکرو ذرات سیلیس آمورف و زیرکن بررسی شد. چسب‌زدایی حلالی با آن-هگزان در دمای ۵۰ °C و چسب‌زدایی حرارتی با کنترل دمایی، محدوده حساس ۲۵۰-۴۵۰ °C را شناسایی کرد. پروفیل بهینه چسب‌زدایی به کاهش ترک‌خوردگی و تولید یکنواخت‌تر قطعات منجر شد. این مطالعه بر اهمیت ترکیب بایندر، نرخ استخراج حلالی، و تعادل مراحل چسب‌زدایی تأکید دارد و با استفاده از تحلیل گرماوژنی (TGA) به توسعه قطعات با کیفیت کمک می‌کند.

واژه‌های کلیدی: قالب‌گیری تزریقی پودر سرامیک، سیلیس آمورف/زیرکن، میکرو/نانو، خواص حرارتی، چسب‌زدایی.

۱- مقدمه

اصلی آماده‌سازی خوراک (Paste)، تزریق خوراک به درون قالب، چسب‌زدایی (Debinding) و تف‌جوشی (Sintering) می‌باشد [۱]. ترکیب پودرهای ریز با بایندهای آلی در مرحله ایجاد خوراک، نقش کلیدی در ایجاد قابلیت تزریق و شکل‌دهی مناسب قطعات ایفا می‌کند. با این حال، موفقیت نهایی فرآیند به شدت به کیفیت و کنترل چسب‌زدایی بستگی

فرآیند قالب‌گیری تزریقی پودر (PIM) به‌عنوان یکی از فرآیندهای پیشرفته تولید قطعات پیچیده، امکان استفاده از مواد فلزی (MIM) و سرامیکی (CIM) را برای تولید در مقیاس بالا فراهم کرده است. این فرآیند شامل چهار مرحله

* عهده‌دار مکاتبات:

۱- علی عسکری

نشانی: کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرج، گروه مکانیک، تلفن: ۰۲۶-۳۴۲۵۹۵۷۱، پست الکترونیکی: ali.askari@iau.ac.ir

۲- محمدرضا رحیمی‌پور

نشانی: کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک، صندوق پستی ۳۱۶-۳۱۷۸۷، تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۸۰۰۴۰، پست الکترونیکی: m.rahimipour@merc.ac.ir

جدول ۱: مزایا و معایب چسب‌زدایی حلالی و حرارتی.

نوع فرآیند چسب‌زدایی	ویژگی کلیدی	مزایای فرآیند	معایب فرآیند
حرارتی	اعمال آرام حرارت به قطعه خام تحت یک اتمسفر گازی تا دمای ذوب که در نتیجه تجزیه سیستم چسب و حذف آن از قطعه خام را در پی خواهد داشت	فرآیند تک مرحله‌ای	تاب برداشتن قطعه در صورتی که سیستم چسب بسیار نرم باشد
		بدون نیاز به جابجایی قطعه در طول فرآیند	طولانی بودن فرآیند (۱۰ الی ۶۰ h)
		هزینه راه‌اندازی پایین	کنترل ابعادی ضعیف
حلالی	قرار گرفتن قطعه خام در یکی از حالات گاز یا مایع از یک حلال برای حل کردن سیستم چسب موجود	مورد استفاده برای طیف گسترده‌ای از سیستم‌های چسب	خطرات استفاده از حلال (دستکاری مواد شیمیایی و خطرات زیست محیطی آن‌ها) به جز استفاده از آب به عنوان حلال که خطر شیمیایی ندارد
		کاهش نقائص و عیوب اساسی به دلیل دمای پایین فرآیند	تجهیزات گران قیمت
		سریع تر از فرآیند چسب‌زدایی حرارتی (۴ الی ۶ h)	در صورت استفاده از یک حلال مایع، نیاز به خشک کردن قطعه قبل از تف‌جوشی می‌باشد

دارد [۲]. مواد سرامیکی به دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی برجسته خود، مانند سختی بالا، مقاومت حرارتی و پایداری شیمیایی، در بسیاری از صنایع پیشرفته از جمله هوافضا، پزشکی و الکترونیک کاربرد دارند [۳]. با این حال، تولید قطعات پیچیده از این مواد نیازمند فرآیندهای دقیق و کنترل شده است. سیستم چسب اضافه شده به پودر در مرحله اختلاط، می‌بایست قبل از عملیات تف‌جوشی، بطور کامل از قطعه جدا شود و عدم خروج کامل بایندر، باعث ایجاد نقائصی خواهد شد که در مراحل بعد فرآیند قابل جبران نیست [۴]. بنابراین چسب‌زدایی یکی از حساس‌ترین مراحل در فرآیند CIM به‌شمار می‌آید و هرگونه نقص در این مرحله می‌تواند منجر به خرابی قطعه نهایی شود و کاربرد آن را محدود کند [۵]. فرآیند چسب‌زدایی چالش‌های متعددی به همراه دارد. نقص‌هایی که ممکن است در اثر اجرای نادرست این مرحله ایجاد شوند، عبارتند از:

- ترک خوردگی (Cracking): ترک خوردگی زمانی رخ می‌دهد که نرخ حذف بایندر با استحکام مکانیکی باقیمانده قطعه همخوانی نداشته باشد. این عیب بیشتر در دماهای بالا یا هنگام استفاده از نرخ گرمایش سریع مشاهده می‌شود.

- اعوجاج (Warping): تغییر شکل قطعات در اثر تنش‌های حرارتی یا مکانیکی در طول فرآیند چسب‌زدایی رخ می‌دهد. این مشکل در قطعات با هندسه پیچیده یا در صورت استفاده از بایندهای نامناسب تشدید می‌شود.

- تشکیل حفره (Void Formation): باقی ماندن بایندر در قطعه می‌تواند منجر به تشکیل حفره‌های ریز و کاهش تراکم و استحکام نهایی قطعه شود.

- ناهمگنی ساختاری: حذف غیریکنواخت بایندر باعث توزیع غیریکنواخت تنش‌ها شده و کیفیت نهایی قطعه را تحت تأثیر قرار می‌دهد [۶].

در این تحقیق، از چسب‌زدایی ترکیبی و مرحله به مرحله شامل ترکیب مرحله حلالی و حرارتی به منظور جلوگیری از به هم ریختن هندسه و ایجاد عیوب محتمل استفاده شده

خصوصیات مطلوب سیلیس آمورف، باید توجه داشت که استحکام و مقاومت خزشی سیلیس آمورف قابل توجه نیست و لذا جهت بالا بردن استحکام و مقاومت خزشی آن، به پودر ترکیب پودر سرامیک بر پایه سیلیس آمورف، پودر زیرکن اضافه می‌شود. در این تحقیق از پودر سرامیکی با ترکیب سیلیس آمورف/زیرکن استفاده شده است. ترکیب پودر مورد اشاره توزیع وسیعی از اندازه دانه‌های سیلیس (۵/۰ تا $180\text{ }\mu\text{m}$) و میانگینی در حدود $70\text{ }\mu\text{m}$ را داراست. جدول شماره ۲ ترکیب پودر سرامیک مورد اشاره را به همراه مقادیر آن نشان می‌دهد.

جدول ۲: نوع و مقدار پودر سرامیک مورد استفاده.

ردیف	نام ماده	توزیع اندازه (μm)	مقدار (%)
۱	پودر سیلیس آمورف	۵-۱۸۰	۸۰
۲	پودر زیرکن	۱-۱۰	۲۰

در این تحقیق از یک سیستم چسب چهارجزئی به دلیل مزایای فراوان آن در مرحله چسب‌زدایی و تف‌جوشی، بهره گرفته شده است. هر یک از اجزاء سیستم چسب، صرف نظر از مقدارشان، وظیفه‌ای خاص در سیستم چسب ایفا می‌نمایند. در این تحقیق از پلی‌پروپیلن (PP) به عنوان پلیمر پیکره و با هدف حفظ و نگهداری شکل قطعه در حین فرآیند چسب‌زدایی و پیش از تف‌جوشی استفاده شده است. صلیبت، مقاومت کششی بالا، چگالی پایین، حفظ شکل و استحکام قطعه قالبگیری شده در دمای تجزیه سائز اجزاء سیستم چسب (به دلیل دمای تغییر شکل حرارتی بالا) و کربن باقیمانده کمتر پس از تجزیه حرارتی از خصوصیات این پلیمر می‌باشند [۱۰]. از پارافین واکس و کارنابا واکس به دلیل زاویه تماس کم بعنوان فعال‌کننده سطحی و به منظور ایجاد پیوند بین سیستم چسب و دانه‌های پودر استفاده شده است. این مواد باعث افزایش پایداری دانه‌های پودر در اثر اعمال تنش برشی در حین فرآیند اختلاط می‌شوند. همچنین کارنابا واکس بخاطر داشتن دمای تجزیه وسیع، در حفظ شکل قطعه

است، که منجر به افزایش کارایی فرآیند و کاهش عیوب می‌شود [۷]. در جدول شماره ۱ مزایا و معایب فرآیندهای چسب‌زدایی حلالی و حرارتی ارائه شده است.

به منظور انتخاب دما و زمان در چسب‌زدایی حلالی و انتخاب دما، سرعت گرمایش و زمان مناسب توقف در چسب‌زدایی حرارتی، رفتار تجزیه خوراک می‌بایست با هدف استخراج بیشترین نرخ حذف سیستم چسب، اطمینان از حذف کامل آن قبل از مرحله تف‌جوشی و جلوگیری از آلوده شدن ترکیب شیمیایی ماده سرامیکی که ممکن است منجر به اثرات نامطلوب بر روی استحکام، صلیبت و خواص مکانیکی می‌گردد، مطالعه شود [۸]. اگر چه زمان‌های توقف طولانی، تجزیه کامل سیستم چسب موجود در قطعه را در کنار جلوگیری از ایجاد نقائص در قطعات تزریق شده به همراه خواهد داشت، اما از طرفی منجر به طولانی شدن فرآیند خواهد شد [۹]. بنابراین نیاز به یافتن مقادیر بهینه پارامترهای مؤثر در ترکیب فرآیندهای چسب‌زدایی ضروری است.

با توجه به اهمیت مرحله چسب‌زدایی و تأثیر آن بر کیفیت نهایی قطعات سرامیکی و چالش‌های مرتبط با آن، این تحقیق به بهینه‌سازی پارامترهای فرآیند چسب‌زدایی با تمرکز بر کاهش عیوب ناشی از حذف بایندر می‌پردازد. در این پژوهش، روش‌های تجربی و مدلسازی برای تحلیل رفتار حرارتی قطعات سرامیکی به کار گرفته شده و نرخ گرمایش و پروفایل‌های دمایی بهینه برای چسب‌زدایی ترکیبی دو مرحله‌ای حلالی/حرارتی طراحی می‌شوند. نتایج حاصل می‌تواند به توسعه فرآیندهای صنعتی پایدارتر و تولید قطعات با کیفیت بالاتر در صنایع پیشرفته کمک کند.

۲- فعالیت‌های تجربی

انقباض حاصل از تف‌جوشی نزدیک به صفر در ماهیچه‌های سرامیکی بر پایه سیلیس آمورف، باعث شده است که انتخاب این ماده در کاربردهایی که دقت ابعادی قطعه ساخته شده از اهمیت بالایی برخوردار است، نسبت به سایر مواد سرامیکی ارجحیت داشته باشد. علیرغم

خارج می‌شود) صورت گرفته است. این روش بر مبنای تغییرات فیزیکی در طول گرمایش نمونه بر طبق یک برنامه حرارتی خاص استوار است. تغییرات فیزیکی می‌تواند شامل تغییر ساختمان کریستالی، تغییر فاز، از دست دادن آب مولکولی، تجزیه شیمیایی و غیره باشد.

۳- نتایج و بحث

شکل ۱ تصاویر نمونه‌های خام تزریق شده با استفاده از بایندر و پودر سرامیکی نانو/میکرو سیلیس را نشان می‌دهد. ذرات نانو با پر کردن فضاهای بین ذرات میکرو و افزایش همگنی ساختاری، فرآیند تف جوشی را بهینه کرده و استحکام نهایی قطعه را بهبود می‌بخشد. سطح تمامی ذرات توسط لایه‌ای از بایندر پوشیده شده است که لغزش آن‌ها روی یکدیگر را تسهیل کرده و موجب کاهش مقاومت سیال در حین ورود به قالب می‌شود [۱۳]. تصاویر نشان‌دهنده تعامل قوی میان نانوذرات و بایندر هستند که به استحکام بیشتر ساختار در مراحل اولیه فرآیند کمک کرده و از ایجاد ترک‌های میکروسکوپی جلوگیری می‌کند. توزیع مناسب نانوذرات به کاهش ترک خوردگی و جلوگیری از اعوجاج‌های موضعی کمک می‌کند که این امر به دلیل بهبود انتقال حرارت و یکنواختی فرآیند چسب‌زدایی است. حضور ذرات نانو باعث افزایش مساحت تماس بایندر با ذرات سرامیکی شده و تسهیل خروج بایندر در فرآیند چسب‌زدایی را ممکن می‌سازد. تصاویر SEM مناطقی از تجمع نانوذرات را نشان می‌دهند که ممکن است به ایجاد کانال‌های موضعی خروج بایندر منجر شوند و خواص موضعی ماده را تغییر دهند. ذرات نانو سیلیس آمورف به دلیل سطح ویژه بالای خود، نقش مهمی در یکنواختی پوشش بایندر بر روی سطح ذرات دارند که این یکنواختی به توزیع بهتر تنش‌ها در فرآیند تزریق و تف جوشی کمک می‌کند. پودرهای ریز خواص تف جوشی را بهبود می‌بخشد اما سطح زیاد آن‌ها، نسبت مقدار بایندر جذب شده به باقیمانده را افزایش می‌دهد که

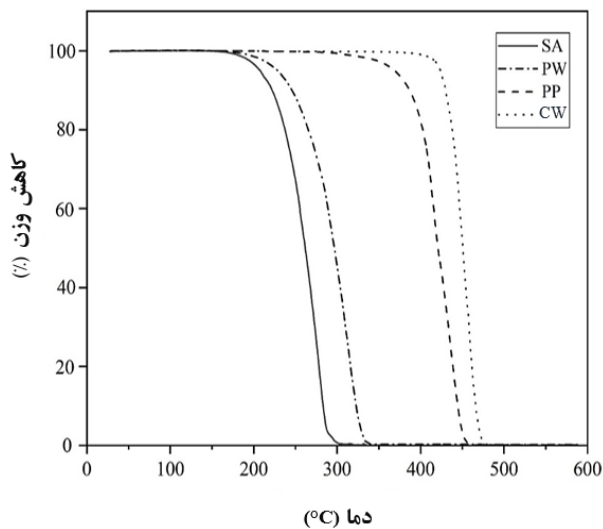
در زمان تف جوشی به پلیمر پیکره کمک می‌کند [۱۱]. اسید استئاریک نیز بعنوان روان کننده و ترکننده، به منظور بهبود جریان پذیری و روان کنندگی به سیستم چسب افزوده شده است که امکان افزایش محتوای پودر موجود در خوراک ماده اولیه را به دلیل کاهش گرانروی فراهم می‌سازد. این ماده خصوصیتی از جمله گرانروی پایین، وزن مولکولی کم (که باعث جلوگیری از ایجاد تنش پسماند و اعوجاج می‌شود)، سازگاری با محیط زیست، ارزان و به راحتی حل شدن در حلال‌های آلی را دارد [۹]. وظایف اجزاء سیستم چسب مورد استفاده در تحقیق حاضر، مشخصات حرارتی آن‌ها شامل دمای ذوب و تجزیه که با استفاده از آزمون گرم‌اوزن سنجی (TGA) بدست آمده است و همچنین چگالی آن‌ها در جدول شماره ۳ قابل مشاهده می‌باشد.

جدول ۳: مشخصات و وظایف اجزاء سیستم چسب.

نام پیوند دهنده (فارسی)	نام پیوند دهنده (لاتین)	وظیفه	تجزیه یا جوشش (°C)	چگالی (g/cm ³)
پلی پروپیلن	Polypropylene (PP)	پلیمر پیکره	۳۵۰-۴۷۰	۰/۹۲
پارافین واکس	Paraffin Wax (PW)	اضافه‌شونده (فعال‌ساز سطحی)	۱۸۰-۳۲۰	۰/۹۰
کارنابا واکس	Carnauba Wax (CW)	اضافه‌شونده (فعال‌ساز سطحی)	۳۰۰-۴۵۰	۰/۹۹
اسید استئاریک	Stearic Acid (SA)	اضافه‌شونده (روان کننده و ترکننده)	۲۶۳-۳۰۶	۰/۹۴

به منظور استخراج خواص حرارتی خوراک ماده اولیه و استخراج محدوده دمای ذوب و تجزیه اجزاء سیستم چسب و خوراک، آنالیز گرم‌اوزن سنجی (TGA) در بازه دمایی ۲۵ الی ۶۰۰ °C (که در این دما تمامی سیستم چسب از قطعه

واکس بین $300-450^{\circ}\text{C}$ می‌باشد. دمای تجزیه یک پلیمر به پارامترهای زیادی مانند وزن مولکولی، گروه‌های چسبندگی و مسیر تجزیه اجزاء یعنی جایی که انرژی فعالسازی هر سیگموئید به اندازه کافی از سیگموئیدهای دیگر جدا می‌شود، وابسته است [۱۵].

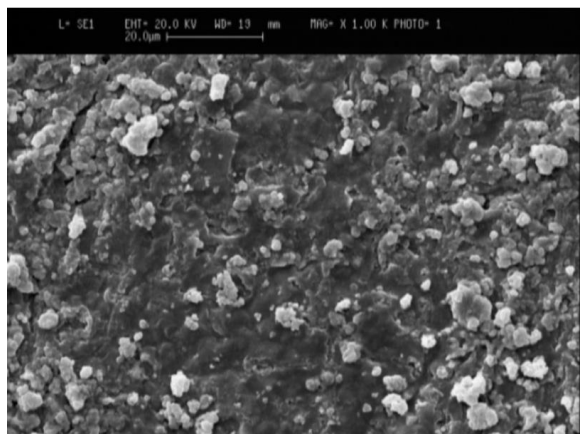
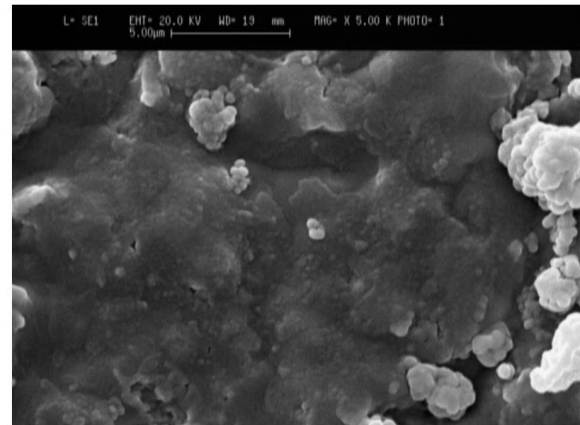


شکل ۲: نتایج آزمون گرمایزن سنجی اجزاء سیستم چسب.

در این تحقیق اجزاء سیستم چسب با دمای ذوب پایین (شامل پارافین واکس و اسید استئاریک) با قرار دادن قطعات در حلال از قطعه خارج شده‌اند که باعث ایجاد کانال‌هایی در قطعات به منظور خروج آسان‌تر اجزاء باقی‌مانده سیستم چسب در مرحله چسب‌زدایی حرارتی بدون تشکیل عیوب می‌گردد [۱۶].

در مرحله اول چسب‌زدایی، از محلول ان-هگزان در دمای 50°C به منظور چسب‌زدایی حلالی قطعات استفاده گردید. این دما، دمایی است که بیشترین نرخ خروج سیستم چسب را بدون بخار شدن حلال به همراه دارد [۱۷]. این کار باعث می‌شود تا قسمتی از سیستم چسب در حلال حل شده و جزء پشتیبان انحلال‌ناپذیر به منظور ثابت نگه‌داشتن دانه‌های پودر سرامیک کنار یکدیگر و حفظ استحکام قطعه، باقی بماند [۱۸]. حلال مورد نظر، حداقل یکی از اجزاء سیستم چسب را از قطعه خام حذف کرده و باعث ایجاد حفره‌های حاصل از

باعث کاهش حجم کانال‌های نفوذی برای خروج بایندر می‌شود. این موارد نشان می‌دهند که نقش و اهمیت حضور نانوذرات در فرآیند باید به‌طور دقیق‌تری بررسی شود.

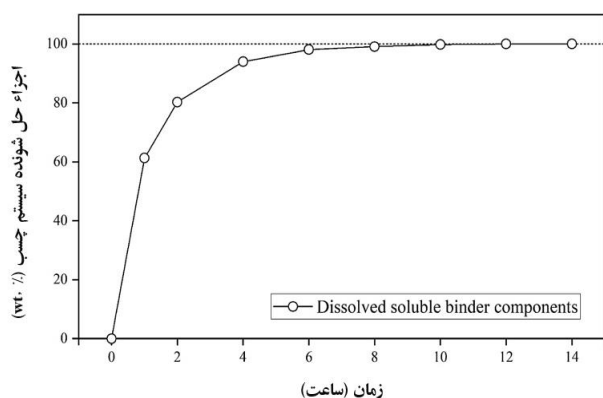


شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از قطعات قبل از چسب‌زدایی.

نتایج آزمون TGA اجزاء خالص سیستم چسب در شکل شماره ۲ نمایش داده شده است. همانطور که ذکر شد در این تحقیق از یک سیستم چسب چند جزئی استفاده شده است. گزارش شده است که خوراک ماده اولیه با اجزاء پلیمر پیکره بیش از یک جزء، به دلیل اثر همکاری پلیمرها با یکدیگر، ساختار همگن‌تری را نسبت به خوراک مواد اولیه با یک جزء پلیمر پیکره نشان می‌دهند [۱۴]. همانطور که مشاهده می‌شود محدوده دمایی تجزیه اجزاء سیستم چسب به ترتیب برای اسید استئاریک بین $263-306^{\circ}\text{C}$ ، پارافین واکس بین $320-370^{\circ}\text{C}$ ، پلی‌پروپیلن بین $350-470^{\circ}\text{C}$ و برای کارنابا

برخورد مولکول‌های تبخیر شده بایندر با دیواره حفرات دارد [۲۰].

به منظور بررسی اثر زمان چسب‌زدایی روی خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها، چسب‌زدایی حلالی به وسیله غوطه‌ور نمودن نمونه‌ها در حلال ان-هگزان با دمای 50°C در ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰، ۱۲ و ۱۴ ساعت انجام شد. پس از آن، نمونه‌ها در دمای 60°C در یک خشک‌کن خشک و سپس توزین شدند. در نهایت وزن نمونه‌ها پس از چسب‌زدایی حلالی با استفاده از ترازو با دقت 0.001 گرم اندازه‌گیری شده است. اثر زمان غوطه‌وری روی نرخ خروج سیستم چسب در شکل شماره ۳ نمایش داده شده است. همانطور که در شکل قابل مشاهده است، قسمت اعظم اجزاء سیستم چسب با وزن مولکولی پایین (شامل اسید استئاریک و پارافین واکس) در ساعات اولیه غوطه‌وری خارج شده است. نرخ خروج در ساعات اولیه غوطه‌وری زیاد بوده و به تدریج کاهش یافته است، تا جایی که تمامی اجزاء سیستم چسب با وزن مولکولی کم پس از ۱۲ ساعت خارج شده‌اند و میکروکانال‌هایی را به منظور خروج پلیمرهای با وزن مولکولی بالا در مرحله چسب‌زدایی حرارتی ایجاد کرده است.



شکل ۳: درصد کاهش وزن پلیمرهای با وزن مولکولی کم در دمای 50°C طی ۱۴ ساعت چسب‌زدایی حلالی.

مرحله بعد از چسب‌زدایی حلالی، حذف بخش دوم سیستم چسب که وظیفه حفظ شکل هندسی قطعه خام در حین

خروج سیستم چسب خواهد شد. به دلیل اینکه حلال باید به داخل قطعه خام نفوذ کند، مقدار تأثیرگذاری چسب‌زدایی حلالی بسیار وابسته به هندسه قطعه خام به ویژه نسبت سطح به حجم آن می‌باشد. عوامل دیگری که بر روی چسب‌زدایی حلالی تأثیر دارند، شامل دما و تکامل حفره‌ها می‌باشد. اثر دما وابسته به افزایش حرکات بین مولکولی سیستم چسب و حلال است، به طوری که افزایش دما حلال‌پذیری و ضریب انتشار سیستم چسب را افزایش می‌دهد [۱۹]. بعد از اینکه دمای قطعه به حدی رسید که بایندر ذوب شود، قطعه به صورت جامدی متخلخل در می‌آید. در چنین سیستم‌هایی دو مکانیزم برای جریان سیال وجود دارد: الف) جریان تحت نیرو، که ناشی از اختلاف فشار است و موجب نیروی حرکتی می‌شود، ب) نفوذ، که ناشی از اختلاف غلظت یا اختلاف فشار جزئی بایندر است. دما، اتمسفر و فشار به روش‌های مختلف روی این دو مکانیزم انتقال اثر می‌گذارند. واضح‌ترین اثر دما، افزایش فشار جزئی جزء بایندر است. در زیر نقطه جوش بایندر، افزایش فشار جزئی باعث ایجاد گرادیان غلظت می‌شود که برای نفوذ مطلوب است. در بالای نقطه جوش، گرادیان فشار به وجود می‌آید که باعث جریان تحت نیرو می‌شود. در دماهای بالاتر، واکنش‌های تجزیه رخ می‌دهد که باعث ایجاد گازهای بیشتر و در نتیجه افزایش فشار بیشتر می‌شود. انتقال از طریق نفوذ به دو نوع تقسیم می‌شود: الف) نفوذ تراکمی، ب) نفوذ موئینگی. اگر اندازه تخلخل‌ها در مقایسه با متوسط مسیر حرکت آزاد مولکول‌های گاز بایندر بزرگ باشد، نفوذ تراکمی مشاهده می‌شود لذا برای این نوع نفوذ اندازه بزرگ ذرات (20 تا 75 μm در قطر) و درجه بالای تخلخل در قطعه (20 تا 30 درصد) مطلوب است. حال اگر اندازه تخلخل‌ها قابل مقایسه با متوسط حرکت آزاد مولکول‌ها باشد، برخوردهایی با دیواره خلل و فرج‌ها رخ می‌دهد که در اینجا نفوذ موئینگی غالب است. نفوذ تراکمی به اندازه مولکول و وزن گونه‌های آلی بایندر ارتباط دارد ولی در نفوذ موئینگی، بستگی به

داشته باشد. این در حالی است که پلیمر پشتیان، دانه‌های پودر را سر جایشان نگه می‌دارد. افزایش دمای سریع می‌تواند باعث افزایش و انتشار بیش از حد فشار بخار در مرکز قطعه قالبگیری شده شود که این امر می‌تواند منجر به آسیب رسیدن به قطعه شود. به همین خاطر، به منظور کاهش احتمال ایجاد ترک و نقص‌های اساسی در قطعه، معمولاً نرخ گرمادهی را پایین در نظر می‌گیرند. بنابراین مرحله چسب‌زدایی حرارتی نیازمند فرآیند حرارت‌دهی بسیار کنترل شده و دقیق بوده و عموماً فرآیندی وقت‌گیر می‌باشد.

به منظور افزایش کارایی عملیات چسب‌زدایی حرارتی، از تزریق گازهای خنثی یا پمپ خلأ به طور مداوم برای دور کردن بخارات حاصل از تبخیر بایندر از قطعه استفاده می‌شود [۲۲]. آنچه که تأثیر متقابل سرامیک/پلیمر را در فرآیند بایندرزدایی تعیین می‌نماید، ماهیت پیوند فلز-اکسیژن در سرامیک است. هر چه این پیوند تمایل بیشتری از پیوند کوالانس به سمت پیوند یونی داشته باشد، احتمال واکنش‌های سطحی در این فرآیند افزایش می‌یابد. حضور اکسیژن در فرآیند بایندرزدایی سبب تجزیه و اکسیداسیون در سطح و تبخیر محصولات در همان ناحیه می‌گردد. این واکنش سطحی اضافی به تجزیه حرارتی کمک نموده و لذا مسیر نفوذ برای محصولات تجزیه کاهش می‌یابد. علیرغم مکانیزم حاکم، نقش نفوذ اجزاء ارگانی به سطح قطعه بر فرآیند بایندرزدایی انکارناپذیر است. فرآیندهای تبخیر به مقدار زیادی از اتمسفر بایندرزدایی مستقل هستند. لذا استفاده از واکس‌های با وزن مولکولی کم (به عنوان ماده آلی) باعث می‌شود تا فرآیند بایندرزدایی مستقل از اتمسفر باشد. در اتمسفرهای اکسیدی (هوا یا مخلوطی از اکسیژن و نیتروژن) به علت پیش‌رونده بودن واکنش، احتمال تشکیل عیوب کمتر می‌باشد. همچنین این فرآیند یک فرآیند کاتالیزوری می‌باشد که سرعت بایندرزدایی را افزایش می‌دهد. نقطه ضعف این روش، احتمال اکسیداسیون پودر بکار رفته می‌باشد. مثلاً برای پودرهای نئیریدها و کاربایدها و مواد زنگ‌زن امکان استفاده از این روش وجود ندارد. انجام عملیات بایندرزدایی در خلأ

چسب‌زدایی حرارتی در محدوده دمایی خروج پلیمرهای با وزن مولکولی پایین را دارد، می‌باشد. سیستم چسب باقیمانده به صورت حرارتی از قطعه خارج می‌شود. در این روش قطعه قالبگیری شده به آهستگی با هدف تجزیه و تبخیر سیستم چسب پلیمری تحت حرارت کوره قرار می‌گیرد. با وجود زمان طولانی عملیات چسب‌زدایی حرارتی، به دلیل سادگی و ایمنی این روش در مقایسه با روش‌های دیگر چسب‌زدایی، همچنان محبوب است.

بایندرزدایی حرارتی از بدنه خام تزریق شده روی سه مکانیزم اساسی پایه‌گذاری شده است که عبارتند از: تخریب حرارتی، تبخیر و تجزیه اکسیداسیونی. در میان این مکانیزم‌ها تخریب حرارتی نقش اساسی را ایفا می‌کند. در ابتدا قطعه قالبگیری شده تا نقطه نرم‌شدگی بایندر سریعاً گرم می‌شود و انبساط حرارتی بایندر مذاب باعث ایجاد فشارهای هیدرولیکی در بدنه اشباع از بایندر می‌شود که این امر باعث خروج مقداری بایندر به صورت مذاب (حدود ۱۵ wt٪) از بدنه سرامیکی می‌شود. با این حال فشارهای هیدرولیکی ممکن است شکست‌های غیر قابل قبولی را در قطعه ایجاد کند. با افزایش دما، تبخیر بایندر از سطح قطعه افزایش می‌یابد. وقتی که میزان بایندر در سطح قطعه به اندازه کافی کاهش می‌یابد، بایندر مایع باقیمانده در قطعه توسط نیروی موئینگی به سطح قطعه رانده می‌شود که در آنجا می‌تواند تبخیر شود. همانطور که خروج بایندر توسط انتقال مایع ادامه می‌یابد، خروج گازهای ناشی از تجزیه اجزای با وزن مولکولی کم از قطعه شروع می‌شود و شبکه‌ای از حفره‌های متصل به هم را در قطعه تشکیل می‌دهد. برای مراحل اولیه تجزیه، احتیاج به حرارت بسیار پایین می‌باشد. این ساختار داخلی شرایطی را فراهم می‌سازد که گازهای ناشی از تبخیر به راحتی از قطعه خارج شوند [۲۱]. با توجه به اینکه مکانیزم تجزیه حرارتی برای پلیمرهای مختلف متفاوت می‌باشد، در نتیجه دما و زمان مورد نیاز برای تجزیه حرارتی هر جزء از سیستم چسب مهم است. بر همین اساس بیشترین میزان سیستم چسب طوری انتخاب می‌شود که دارای قابلیت تجزیه در دمای پایین را

از امتیازات حذف واکنش‌های گرمازا میان اجزاء بایندر و هوا یا اکسیژن، کنترل نفوذ بخارات، و به حداقل رسیدن فشار داخلی گاز برخورداری است. در پاره‌ای از موارد (زمانی که بایندر شامل اجزاء با فشار بخار ناچیز هستند، مانند هیدروکربن‌های با زنجیره طولانی) این فرآیند سبب افزایش سرعت بایندرزدایی می‌شود و در این صورت سرعت بایندرزدایی تابع فشار و پیچیدگی شکل قطعه می‌باشد و کاهش فشار سبب کاهش زمان بایندرزدایی می‌شود. بکارگیری این فرآیند در مورد ترکیبات حاوی اجزاء با میانگین وزن مولکولی زیاد، مانند پلی‌پروپیلن بدلیل نارسایی‌هایی از قبیل انتقال حرارت ضعیف، عدم امکان کنترل دقیق دما و تخریب نابهنگام اجزاء بایندر، با محدودیت همراه است. در حضور گازهایی نظیر آرگون و نیتروژن، تجزیه حرارتی بایندر (برش اتفاقی یا جدایش مونومرها) اتفاق خواهد افتاد. زمانی که فرآیند خارج کردن بایندر پلیمری تحت اتمسفر خنثی نظیر گاز نیتروژن صورت می‌گیرد، واکنش گرماگیر و مکانیزم تبخیر حاکم است به طوری که فرآیند به دماهای بالاتر انتقال می‌یابد. در این حالت تجزیه ممکن است در مغز قطعه همانند سطح آن اتفاق بیفتد که به علت تشکیل فشار درون بدنه، احتمال تشکیل عیوب افزایش می‌یابد. حضور اکسیژن سبب تجزیه و اکسیداسیون اجزاء بایندر در سطح می‌گردد که این واکنش‌های سطحی اضافی به تجزیه حرارتی بایندر کمک نموده و لذا مسیر نفوذ محصولات حاصل از تجزیه به سطح بدنه کاهش می‌یابد. در اتمسفرهای اکسیدی به علت خود کاتالیز بودن واکنش احتمال تشکیل عیوب کمتر بوده و همچنین سرعت بایندرزدایی افزایش می‌یابد. نقطه ضعف این روش، احتمال اکسیداسیون پودر بکار رفته است.

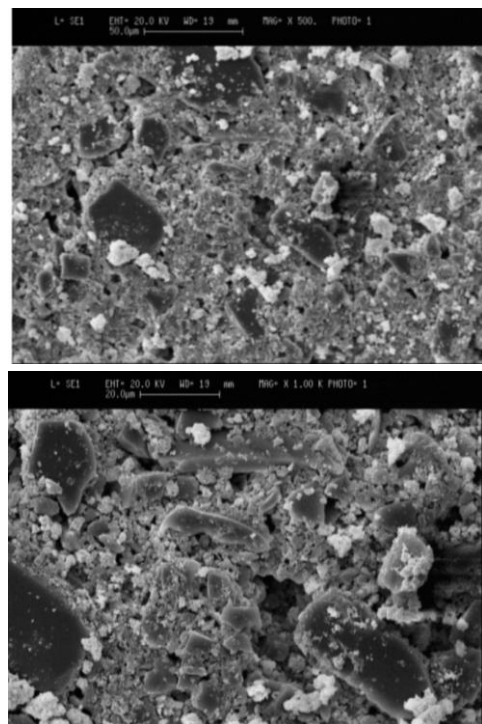
علاوه بر اتمسفر، سرعت گرمایش نیز یک پارامتر مهم حین بایندرزدایی می‌باشد بطوریکه با افزایش دما با سرعت زیاد، تجزیه پلیمر در یک محدوده دمایی کوتاه اتفاق می‌افتد و فشار بخار ایجاد شده ناشی از محصولات تجزیه باعث تورم و ترک در قطعه می‌شود [۲۳]. نظریه کواکن بوش برای

سرعت بهینه گرمادهی بدین صورت است که ابتدا نمونه با سرعت 10°C/h تا نقطه روان شدن بایندر حرارت داده شده و از آن دما تا دمایی که تخریب بایندر به طور کامل صورت گیرد شدت حرارتی به 2°C/h تقلیل می‌یابد. بعد از دمای مذکور، سرعت گرمادهی دوباره به 10°C/hr می‌رسد. در این روش محیط خلأ یا گاز بی‌اثر حین خروج پلیمر ترجیح داده می‌شود. در حال حاضر تلاش بر این است که از پلیمر چند جزئی استفاده شود تا دامنه تجزیه آن‌ها وسیع‌تر باشد. در بعضی تحقیقات آمده است که سرعت پایین گرمایش (کمتر از 10°C/h) سبب ایجاد ترک در قطعه می‌شود زیرا باعث تجزیه محصولات تحت شرایطی که برای نفوذ مهیا نیست می‌گردد [۲۴]. امروزه با استفاده از روش تزریق با فشارهای پایین مشکلات ناشی از سرعت گرمایش بسیار کمتر شده است. در قطعات شکل داده شده به روش تزریق، با افزایش ضخامت قطعه و کاهش اندازه ذرات سرامیکی فشار گازهای ناشی از تجزیه بایندر مشکل‌زا خواهد شد. در سرامیک‌های با ضخامت کم هر چند بایندرزدایی تسهیل می‌گردد، اما استفاده از پودرهای ریز برای بهبود صافی سطح این فرآیند را مشکل می‌سازد. در سرامیک‌های متخلخل به علت ضخامت کم و توزیع وسیع اندازه ذرات که کمک به ایجاد کانال‌های مسیر حرکت بایندر به سطح قطعه می‌کند، امکان افزایش سرعت بایندرزدایی وجود دارد. هر چند این مطلب قابل بسط برای سرامیک‌های با ضخامت‌های غیریکنواخت و بیشتر نمی‌باشد. شکل ۴ تصاویری از نمونه‌های با سرعت بالای بایندرزدایی را نشان می‌دهد که شباهتی به نمونه‌های بایندرزدایی شده در شرایط عادی ندارند. تصاویر حاکی از آن است که حضور نانوذرات در قطعات، با ایجاد شبکه‌ای از حفرات موئینگی، نقش مهمی در تسهیل خروج بایندر ایفا می‌کند. این موضوع در تصاویر به صورت نواحی با ساختار منظم قابل مشاهده است. کانال‌های ریز ناشی از نانوذرات در ماتریس سرامیکی به کاهش فشار داخلی و جلوگیری از ترک‌زایی کمک می‌کنند. هرچند حضور نانوذرات می‌تواند به یکنواخت‌تر شدن فرآیند بایندرزدایی کمک کند، اما در

از خصوصیات بسیار مهم سیستم چسب مورد استفاده در تحقیق حاضر، امکان چسب‌زدایی مرحله‌ای با هدف حفظ شکل هندسی قطعات در حین خروج سیستم چسب از قطعات می‌باشد. در مرحله چسب‌زدایی حلالی بخش اعظمی از پارافین واکس و اسید استئاریک حذف شده است. همچنین در این مرحله مشاهده شد که مقدار خروج واکس و اسید استئاریک با افزایش درجه حرارت، به دلیل افزایش قابلیت حلالیت حلال افزایش می‌یابد، تا جایی که بیشترین دمای ممکن برای حلال (تا مرز جلوگیری از تبخیر حلال) به منظور خروج سریع‌تر سیستم چسب و صرفه‌جویی در زمان انتخاب شد. زدوده شدن بخش اعظم سیستم چسب در مرحله چسب‌زدایی حلالی که موجب ایجاد حفراتی در نمونه‌ها می‌شود، باعث می‌گردد که قطعات پس از خروج از حلال بسیار ترد و شکننده شوند که این امر لزوم بکارگیری نهایت دقت در جابجایی آن‌ها را به همراه دارد. پس از چسب‌زدایی حلالی، سیستم چسب باقی‌مانده توسط چسب‌زدایی حرارتی از قطعات خارج شده است.

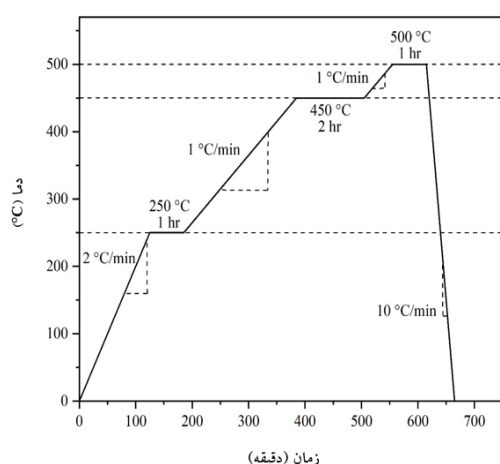
همچنین با توجه به اینکه تجزیه حرارتی اجزاء سیستم چسب در نرخ‌های حرارتی کم به تجزیه سیستم چسب موجود در خوراک در دماهای پایین‌تر و همچنین جلوگیری از ایجاد عیوب می‌انجامد [۲۵]، نرخ حرارت‌دهی برای تجزیه حرارتی پلیمرهای با وزن مولکولی کم و زیاد به ترتیب ۲ و ۱ °C/min انتخاب شده است. شکل شماره ۵، همچنین دو قله موضعی برای کاهش وزن و دماهای مربوط به آن‌ها را در نرخ حرارتی ۲ °C/min نمایش می‌دهد. اگر چه اثر کاتالیکی پودر ممکن است روی رفتار تجزیه خوراک ماده اولیه اثر بگذارد، اما همانطور که در نمودار کاهش وزن خوراک در شکل شماره ۵ مشاهده می‌شود، منحنی تجزیه خوراک تا حدود زیادی مشابه با منحنی تجزیه اجزاء خالص سیستم چسب می‌باشد [۱۵]. همانطور که در شکل پیداست، حداکثر کاهش وزن ناشی از خروج بایندر از سیستم تا ۴۵۰ °C اتفاق می‌افتد، لذا این محدوده دمایی بسیار حساس بوده و باید

صورت توزیع غیر یکنواخت، ممکن است باعث ایجاد گرادین‌های محلی فشار شود که در قطعات ضخیم مشکل‌ساز خواهد بود. با مشاهده تصاویر ریزساختاری می‌توان نتیجه گرفت که در قطعات با ضخامت کم و یکنواخت، به دلیل کوتاه بودن مسیر خروج بایندر، افزایش سرعت بایندرزدایی تنش‌های پسماند بیشتر از حد تسلیم باندهای زینتر سرامیک را اعمال نخواهد کرد و قطعات از نظر خصوصیات مشابه نمونه‌های بایندرزدایی شده در شرایط عادی خواهند بود. اما در مورد قطعات با ضخامت بالا و غیر یکنواخت، بایندرزدایی سریع مشکل‌ساز خواهد شد. در مقایسه با نمونه‌های بدون نانوذرات، حضور ذرات نانو به بهبود ساختار سطح و کاهش عیوبی مانند حفرات بزرگ و ترک‌ها کمک کرده است. این اثر در تصاویر به صورت نواحی صاف‌تر و با توزیع یکنواخت‌تر دیده می‌شود. بنابراین، حضور نانوذرات علاوه بر مزایای خود، چالش‌هایی نیز در فرآیند بایندرزدایی ایجاد می‌کند که نیازمند کنترل دقیق پارامترهای فرآیند است.



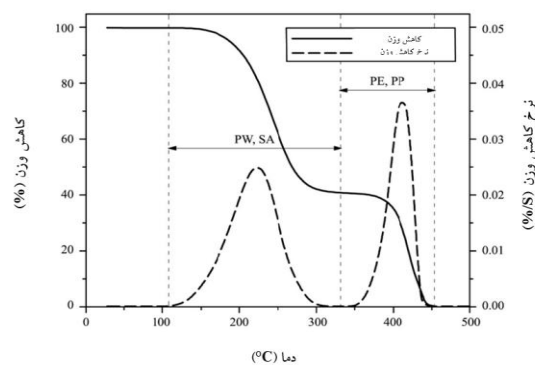
شکل ۴: ریزساختار ایجاد شده در نمونه ناشی از بایندرزدایی سریع.

کارنابا واکس و پلی پروپیلن) تا دمای 450°C با نرخ حرارت دهی $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ خارج شدند. با توجه به محدوده تجزیه حرارتی سیستم چسب، بالاخص پلیمر پیکره، محدوده دمای بحرانی برای اعمال حداقل نرخ گرمایش، بین حدود 250°C الی 450°C قرار داشته که به همین دلیل نرخ حرارت دهی در محدوده مذکور می بایست با دقت کنترل شود. این خروج تدریجی سیستم چسب از داخل قطعه، پایداری ابعادی قطعات را تأمین کرده و از ایجاد عیوب جلوگیری می کند [۲۶]. حرارت دهی از دمای محیط تا دمای 250°C با نرخ حرارت دهی $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ شروع می شود، چرا که در این محدوده دمایی، غالب پلیمرهای با وزن مولکولی کم، از مرحله چسب زدایی حلالی شروع به تجزیه شدن کرده اند. از دمای 250°C تا 450°C ، نرخ حرارت دهی به $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تقلیل یافته تا از ایجاد فشار داخلی درون قطعه ناشی از خروج سریع بخارات ناشی از تجزیه اجزاء با وزن مولکولی بالای سیستم چسب جلوگیری کند. در چسب زدایی حرارتی، حرارت دهی به گونه ای صورت گرفته که کمترین نرخ گرمایش را شامل شود تا اجزاء سیستم چسب، زمان کافی برای خارج شدن از قطعات را داشته باشند و در اثر خروج سریع سیستم چسب از نمونه ها، عیوبی مانند میکرو ترک و تورم ایجاد نشود.



شکل ۶: برنامه گرمایش و سرمایش چسب زدایی حرارتی نمونه ها.

سرعت گرم کردن در این محدوده بسیار آرام و کنترل شده باشد تا فرآیند بایندر زدایی بدون عیب انجام پذیرد. بعد از این دما می توان تا دمای تفجوشی، دمای کوره را با سرعت بالاتری افزایش داد، بدون اینکه عیبی در قطعه ایجاد شود.



شکل ۵: رفتار تجزیه حرارتی خوراک با نرخ حرارت دهی $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

سیکل پیشنهادی جهت بایندر زدایی نمونه ها که کاملاً در تطابق با رفتار حاصل از آنالیز حرارتی می باشد در شکل شماره ۶ نشان داده شده است. اگر چه شرایط بایندر زدایی قطعات تزریق شده شامل دما، زمان و اتمسفر کاملاً متأثر از نوع بایندر مصرفی، مقدار آن و ابعاد قطعات می باشد، یک سیکل حرارتی زمانی بهینه می باشد که در عین فراهم نمودن خصوصیات فیزیکی و مکانیکی مورد نیاز برای قطعه تزریق شده، از لحاظ اقتصادی نیز کمترین هزینه را در بر داشته باشد. همانطور که مشاهده می شود، تجزیه حرارتی به دو قسمت تقسیم شده است. در مرحله اول، پلیمرهای با وزن مولکولی کم (چنانچه پس از چسب زدایی حلالی باقی مانده باشند) توسط حرارت دهی تا دمای 250°C با نرخ حرارت دهی $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ حذف می شوند. خروج قسمتی از سیستم چسب در مرحله اول به صورت حلالی، کانال هایی را به سطح قطعه به منظور خروج بدون ایجاد نقص بخارات ناشی از تجزیه حرارتی باقیمانده سیستم چسب در مرحله چسب زدایی حرارتی ایجاد می کند. در مرحله بعد، پلیمرهای با وزن مولکولی بالا که پایداری دمایی بالاتری دارند (شامل

۴- نتیجه‌گیری

مراجع

- [1] A. Askari, V. Momeni, *Materials Chemistry and Physics*, **271**, 2021, 124926.
- [2] H. Xie, J. Jiang, X. Yang, Q. He, Z. Zhou, X. Xu, L. Zhang, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, **17**, 2020, 1098.
- [3] T. Dreier, A. Riaz, A. Ahrend, C. Polley, S. Bode, B. Milkereit, H. Seitz, *Materials & Design*, **227**, 2023, 111806.
- [4] H. Wei Li, Z. Yi Peng, G. Qing Chen, M. Hao Li, X. Song Fu, *Ceramics International*, **48**, 2022, 25513.
- [5] J. Zhu, L. Qiao, J. Zheng, Y. Ying, W. Cai, J. Li, J. Yu, *Journal of the American Ceramic Society*, **107**, 2024, 4512.
- [6] D. Sanetnik, T. Sedlacek, *Heliyon*, **10**, 2024.
- [7] S.M. Ani, A. Muchtar, N. Muhamad, *Ceramics International*, **40**, 2014, 2819.
- [8] Y. Li, X. Peng, X. Zan, *Metals (Basel)*, **15**, 2025, 38.
- [9] Z. Shi, Z.X. Guo, J.H. Song, *Acta Materialia*, **50**, 2002, 1937.
- [10] M. Slavovs, M. Laurent, J. Devaux, *Polymer (Guildford)*, **46**, 2005, 8062.
- [11] V. Momeni, M. Hossein Alaei, A. Askari, *Materials and Werkstofftechnologie*, **50**, 2019, 432.
- [12] V. Momeni, A. Askari, M.H. Alaei, *Transactions of the Indian Institute of Metals*, **74**, 2021, 2639.
- [13] S. Rezaei, A. Askari, *Iranian Polymer Journal*, **33**, 2024, 1.
- [14] J.W. Oh, W.S. Lee, *Powder Technology*, **311**, 2017, 18.
- [15] S.V. Atre, R.K. Enneti, *Powder Metallurgy*, **51**, 2008, 123.
- [16] V. Momeni, A. Askari, M.H. Alaei, *Transactions of the Indian Institute of Metals*, **72**, 2019, 3027.
- [17] M.I.H. Chua, A.B. Sulong, M.F. Abdullah, *Sains Malaysiana*, **42**, 2013, 531.
- [18] R.M. German, "Powder Injection Molding-Design and Applications", *Innovative Material Solutions Inc.*, State College, PA, USA.
- [19] E.S. Thian, N.H. Loh, K.A. Khor, *Advanced Powder Technology*, **12**, 2001, 361.
- [20] M.R. Barone, J.C. Ulicny, *Journal of the American Ceramic Society*, **73**, 1990, 3323.
- [21] B. Hausnerova, L. Marcanikova, P. Filip, *Polymer Engineering & Science*, **51**, 2011, 1376.
- [22] S. Rezaei, A. Askari, *Powder Metallurgy*, **67**, 2024, 246.
- [23] W.J. Tseng, C. Hsu, *Ceramics International*, **25**, 1999, 461.
- [24] J.A. Lewis, *Annual Review of Materials Science*, **27**, 1997, 147.
- [25] J.W. Oh, W.S. Lee, S.J. Park, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **97**, 2018, 4115.
- [26] G. Aggarwal, I. Smid, S.J. Park, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **25**, 2007, 226.

به علت تنوع گسترده محصولات و قطعات تولید شده به روش قالب‌گیری تزریقی پودر، ترکیب‌های مختلفی از سیستم‌های بایندر با اجزاء و ویژگی‌های متفاوت برای تزریق پودرهای سرامیکی و فلزی توسعه یافته است. هر سیستم بایندر نیازمند شناخت دقیق شیمی و ترکیبات آن است تا امکان اصلاح و بهینه‌سازی فرآیند برای شرایط تولید مختلف فراهم شود. استفاده از بایندهای پایه واکس، به دلیل قابلیت تزریق در دما و فشار پایین، توجه بسیاری را جلب کرده است. این پژوهش نشان داد که بهینه‌سازی فرآیند چسب‌زدایی از طریق ترکیب مراحل حلالی و حرارتی، با تنظیم دقیق پارامترهایی مانند دما، زمان و نرخ گرمادهی، به کاهش ترک خوردگی و اعوجاج در قطعات تولیدی کمک می‌کند. استفاده از این-هگزان در دمای ۵۰ °C در مرحله چسب‌زدایی حلالی، کانال‌های موثری برای خروج بایندر ایجاد کرد و خروج آرام اجزای با وزن مولکولی بالا را در مرحله چسب‌زدایی حرارتی تسهیل نمود. همچنین، کنترل نرخ گرمادهی در محدوده دمایی بحرانی ۴۵۰-۲۵۰ °C حذف کامل سیستم چسب را بدون آسیب به ساختار قطعات تضمین کرد. در نهایت، این بهینه‌سازی می‌تواند به تولید قطعات سرامیکی پیشرفته با کیفیت بالا و کاربردهای صنعتی و پزشکی کمک کرده و قالب‌گیری تزریقی پودر را به عنوان یک روش مؤثر و مقرون‌به‌صرفه در تولید انبوه تثبیت کند.