

Stanovení kritického plnění u směsí určených pro PIM technologii

Bc. Vladimír Doležel

Diplomová práce
2016

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Vladimír Doležel**
Osobní číslo: **T14300**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Výrobní inženýrství**
Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Stanovení kritického plnění u směsi určených pro PIM technologii**

Zásady pro vypracování:

- 1. V teoretické části vypracujte literární rešerži zaměřenou na technologii injekčního vstřikování práškových materiálů (PIM – Powder Injection Moulding) a popište různé metody stanovení maximálního kritického plnění.**
- 2. V experimentální části připravte PIM feedstocky a stanovte maximální kritické plnění práškového materiálu pro danou polymerní matici pomocí různých metod. Na základě výsledků zvolte optimální plnění.**

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. R.M.German and A.Bose, Injection molding of metals and ceramics: Metal Powder
2. Industries Federation, Priceton, (1997).
3. 2. D.F.Heaney, 2012, Handbook of metal injection molding: Woodhead Publishing,
4. (2012).

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Eva Hnátková
Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

8. ledna 2016

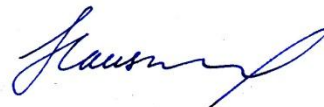
Termín odevzdání diplomové práce:

13. května 2016

Ve Zlíně dne 25. ledna 2016



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.
děkan



prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně

.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpirá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělků jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělků dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá stanovením kritického plnění směsí práškem u metody práškového vstřikování a zvolením optimálního složení směsí. Kritické plnění je stanoveno třemi experimentálními metodami a to sledováním změny krouticího momentu, hustoty a viskozity. Každá směs je míchána diskontinuálně na laboratorním hnětiči. K přípravě směsí byl použit polymerní systém Licomont, keramický prášek (oxid hlinitý), kovový prášek (17-4 PH) a kyselina stearová. V rešeršní části diplomové práce je popsán princip metody práškového vstřikování, používané materiály a stroje. Jsou popsány metody stanovení kritického plnění a reologické vlastnosti směsí. V experimentální části je provedeno míchání směsí, stanovení kritického plnění a zvolení optimálního plnění.

Klíčová slova: vstřikování práškových materiálů, kritické plnění, míchání směsí, krouticí moment, hustota, viskozita

ABSTRACT

This master thesis is deals with to determine the critical loading with powder within the method of powder injection molding and to choose the optimal compound feedstock. The critical loading is determined by three experimental methods: by observation of the changes torque, of the density and of the viscosity. Each feedstock has been agitated discontinuously in a laboratory plasticizer. For the preparation of the feedstock a polymer system Licomont, ceramic powder (alumina), metal powder (17-4 PH) and stearic acid was used. In the search part of the master thesis the principle of the powder injection molding and the rheologic qualities of the feedstock is described. In the experimental part the mixing of the feedstock, the determination of the critical loading and the choice of the optimal loading are done.

Keywords: powder injection molding, critical loading, mixing feedstocks, torque, density, viscosity

Rád bych poděkoval své vedoucí Ing. Evě Hnátkové, za odborné vedení, rady a čas, který mi po dobu tvorby této práce věnovala.

Tato diplomová práce byla spolufinancována z projektu Interní Grantové Agentury Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně číslo IGA/FT/2016/002 a poděkování patří i za finanční podporu programu NPU I (LO1504) poskytnutému Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

„Nejdřív tě budou ignorovat. Pak se ti budou smát. Pak proti tobě budou bojovat. Potom zvítězíš.“

Mahátma Gándhí

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Prohlašuji, že jsem na diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

Ve Zlíně 5. 5. 2016

OBSAH

ÚVOD.....	9
I TEORETICKÁ ČÁST.....	10
1 TECHNOLOGIE PRÁŠKOVÉHO VSTŘIKOVÁNÍ (PIM).....	11
1.1 MÍCHÁNÍ	12
1.2 VSTŘIKOVÁNÍ.....	14
1.3 ODSTRAŇOVÁNÍ POJIVA	15
1.4 SLINOVÁNÍ	17
2 SLOŽENÍ PIM SMĚSI.....	18
2.1 KOVOVÉ A KERAMICKÉ PRÁŠKY	18
2.2 POJIVA PRO PIM.....	23
2.3 POMĚR POJIVA A PRÁŠKU	24
3 ZPŮSOBY STANOVENÍ KRITICKÉHO PLNĚNÍ.....	26
3.1 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY HUSTOTY	26
3.2 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY VIZKOZITY.....	26
3.3 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY KROUTÍCÍHO MOMENTU.....	27
4 REOLOGICKÉ VLASTNOSTI SMĚSI.....	28
4.1 KAPILÁRNÍ REOMETR	29
4.2 ROTAČNÍ REOMETR	31
5 SHRUTÍ TEORETICKÉ ČÁSTI.....	34
II PRAKTICKÁ ČÁST	35
6 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE	36
7 MATERIÁLY POUŽITÉ PRO PIM SMĚSI	37
7.1 POJIVOVÝ SYSTÉM.....	37
7.2 PRÁŠKY	38
8 SLOŽENÍ A PŘÍPRAVA SMĚSÍ	40
9 METODY MĚŘENÍ.....	43
9.1 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY KROUTÍCÍHO MOMENTU.....	43
9.2 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY HUSTOTY	43
9.3 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY VIZKOZITY.....	44
10 VYHODNOCENÍ NAMĚŘENÝCH DAT	46
10.1 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY KROUTÍCÍHO MOMENTU.....	46
10.1.1 Separátní plnění.....	46
10.1.2 Kontinuální plnění.....	53
10.2 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY HUSTOTY	55
10.3 SLEDOVÁNÍ ZMĚNY VIZKOZITY.....	56
ZÁVĚR	62
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	63
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	65
SEZNAM OBRÁZKŮ	66
SEZNAM TABULEK.....	68

ÚVOD

Powder Injection Moulding (PIM) je metoda zpracování práškových materiálů injekčním vstřikováním. Tato metoda kombinuje dva běžně používané postupy – technologii vstřikování plastů a klasickou práškovou metalurgii. Při využití technologie PIM dochází ke vstřikování směsi jemného prášku a pojiva na vstřikovacích strojích, které jsou téměř totožné s vstřikovacími stroji využívanými pro klasické vstřikování plastů. Vstupní surovinou pro PIM je směs pojiva a jemného prášku, tzv. feedstock. Pojivo tvoří 10 – 20 % hmotnosti směsi. Tato metoda se dále dělí dle použitého prášku a to na metodu Metal Injection Molding (MIM) a metodu Ceramic Injection Molding (CIM).

PIM metoda je předurčena většinou pro produkci menších (asi do 200g), avšak tvarově složitých výrobků s vysokými požadavky na přesnost, které nacházejí aplikační využití především v automobilovém průmyslu, textilním průmyslu, elektronice, zdravotnictví a telekomunikaci. Výhodou je velmi přesná reprodukovatelnost a úsporná sériová výroba vysoce přesných dílů s výbornou kvalitou povrchu. Z ekonomického hlediska je technologie PIM ideální pro zakázky od objemu výroby 5000 ks/rok. Cena komplikované součástky vyrobené PIM je nesrovnatelně nižší než cena součástky, vyrobené klasickými metodami, jako je obrábění nebo lití.

Cílem diplomové práce je připravit PIM směsi a stanovit kritické plnění práškového materiálu (u dvou druhů prášků) pro danou polymerní matici. K stanovení tohoto kritického plnění lze použít několik metod a na základě výsledků zvolit optimální plnění PIM směsí. Stanovením optimálního plnění lze předejít vadám na výrobcích, které by se mohly objevit v dalších fázích tohoto procesu. Příliš mnoho prášku zapříčiní vysokou viskozitu směsi a způsobí vznik uzavřených vzduchových bublin v mezi částicovém prostoru. Během odstraňování pojiva tyto dutiny způsobí vznik trhlin, v důsledku vnitřního nahromadění par. Ani málo prášku není přijatelné. Při nedostatku prášku dochází k vytvoření nerovnoměrné struktury prášku a vzniku propadlin. Už při odstraňování pojiva komponent nedrží tvar a zhroutí se.

I. TEORETICKÁ ČÁST

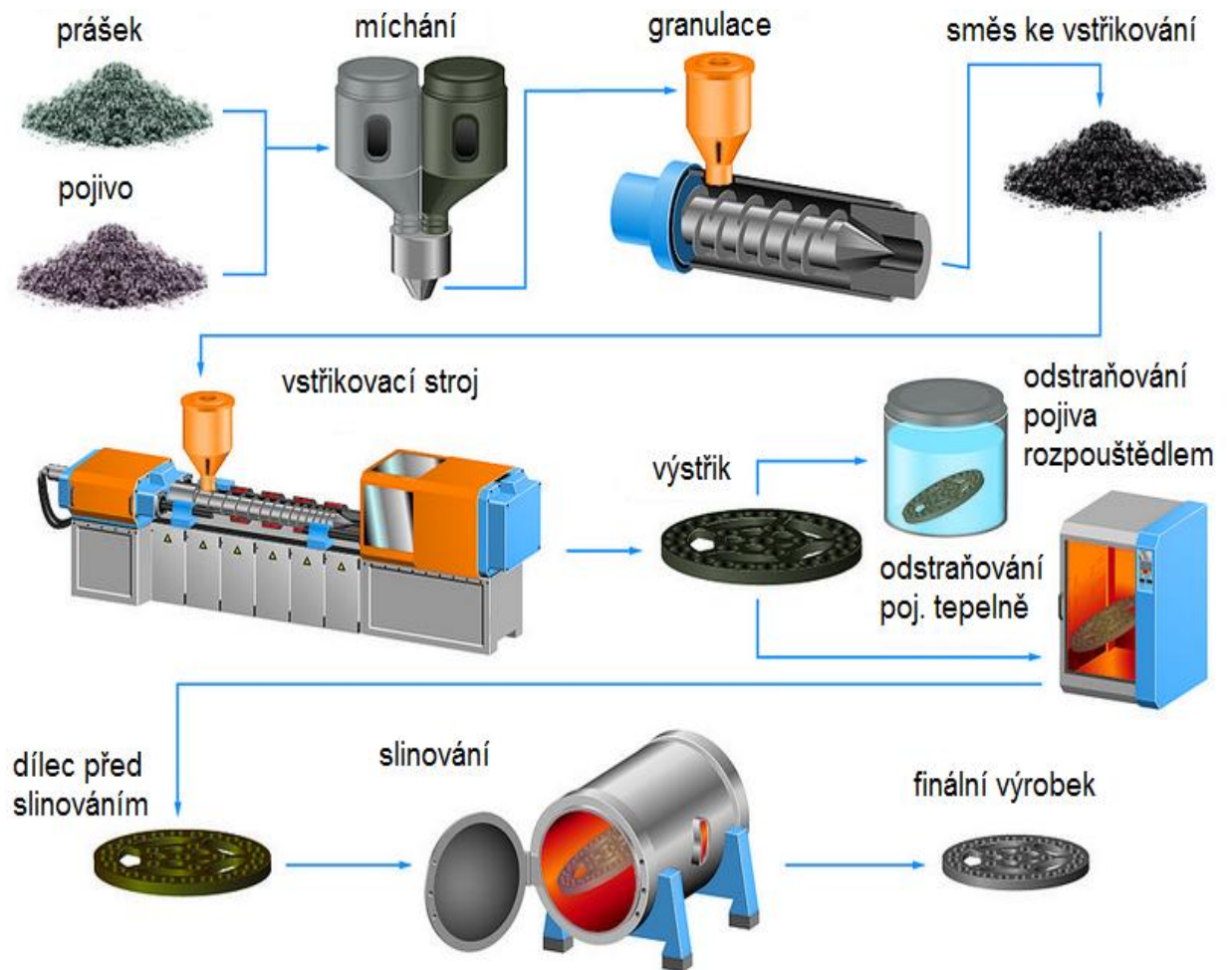
1 TECHNOLOGIE PRÁŠKOVÉHO VSTŘIKOVÁNÍ (PIM)

Potřeba vysoce odolných a přesných dílů roste prakticky ve všech průmyslových odvětvích. Práškové vstřikování (Powder injection molding - PIM) umožňuje úspornou sériovou výrobu vysoce přesných dílů s výbornou kvalitou povrchu. Tato technologie nabízí nové možnosti designu u velmi složitých dílů a trvale vysokou kvalitu s detaily v mikrometrické oblasti, jak lze vidět na Obr. 1. Na rozdíl od jiných technologií práškové vstřikování umožňuje téměř finální kontury dílů včetně vnitřních závitů a nevytváří prakticky žádný odpad. PIM výrobky mají mechanické a materiálové vlastnosti, které jsou srovnatelné s konvenční výrobou kovových a keramických součástí.[1]



Obr. 1 PIM výrobky [2]

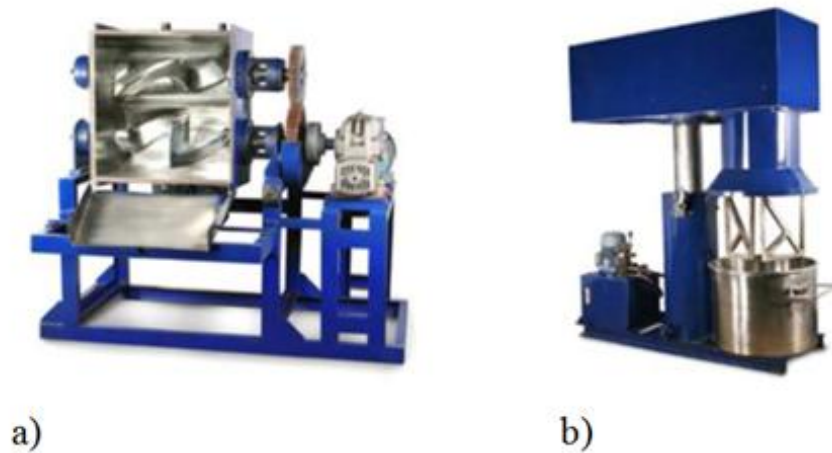
Proces PIM se skládá ze čtyř kroků, jak lze vidět na Obr. 2. Prvním krokem je vytvoření homogenní směsi smícháním práškového materiálu s polymerním pojivem. Druhý krok probíhá na vstřikovací stroji, který vstříkne připravenou směs do požadovaného tvaru. Během třetího kroku se odstraní pojivo vhodným rozpouštědlem nebo tepelným rozkladem a posledním krokem je slinování práškového materiálu do finální hustoty.[3]



Obr. 2 Proces PIM [4]

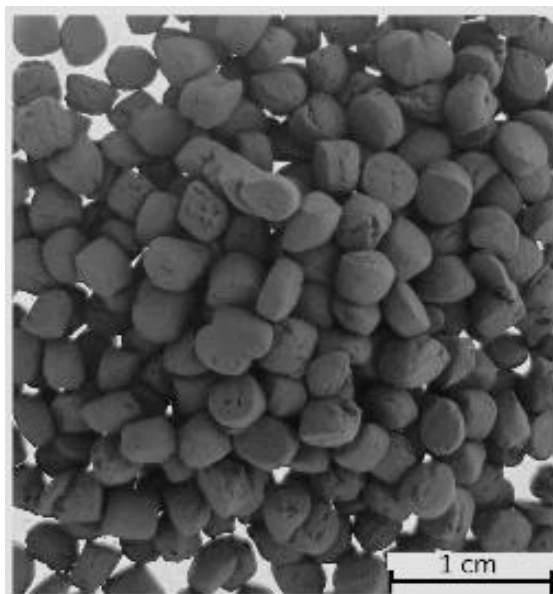
1.1 Míchání

Míchání je prvním krokem v přípravě směsi. Kvalita směsi je velmi důležitá, protože nelze nedostatky korigovat dodatečnými úpravami zpracování. Důležité je, aby každá částice prášku měla na sobě rovnoměrný povlak pojiva. Musí být zajištěna dobrá homogenizace směsi a částice nesmí aglomerovat, a proto je nutné dostatečné smykové napětí. Z tohoto důvodu se nejčastěji používají planetární míchače nebo z-lopátkové míchadla, které můžeme vidět na . Teplota předehřátého míchacího zařízení závisí na typu pojivového systému. Teplota míchání u termoplastických pojiv se pohybuje od 80 do 200°C. Jedná se o diskontinuální proces, to znamená, že všechny komponenty jsou vloženy do mísiče a míchány, dokud se výchozí materiál nezhomogenizuje. Poté se směs odvádí pryč a mixer je připraven pro další cyklus. Planetární nebo Z-lopátková míchadla jsou často používány jako laboratorní zařízení pro výrobu surovin.[3][5]



Obr. 3 Dávkovací míchače – a) Z-lopátkové míchadlo, b) Planetární míchadlo [6]

Ve výrobě, kde je potřeba vysoký objem suroviny se ke vstupní homogenizaci používají dvoušnekové extrudéry nebo smykové válce. Vstupní surovina se obvykle na těchto strojích zpracovává dvakrát, nebo se předem smíchá pomocí planetárních nebo Z-lopátkových míchadel a poté homogenizuje v dvoušnekových extrudérech nebo smykových válcích. Tento extra homogenizační krok přináší jistotu výrobcí, že je PIM směs správně zhomogenizována. Viskozita je dobrým ukazatelem homogenity suroviny. Zvýšení homogenity se projevuje snížením viskozity. Po homogenizaci se směs převede na granulát. Proces granulace se provádí přímo za vytlačovací hlavou nebo na konci smykového válce a směs (Obr. 4) je připravena k výrobě. [3][5]



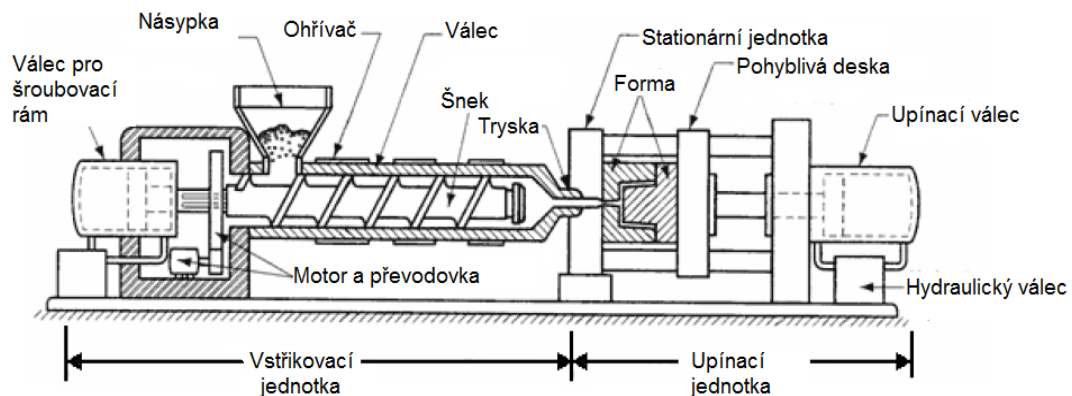
Obr. 4 PIM granulát [7]

1.2 Vstřikování

Injekční vstřikování PIM směsí vychází z poznatků klasického vstřikování plastických materiálů. Vždy je nutné připravit z příslušného granulátu teplotně co nejhomogennější taveninu, která se působením vstřikovacího tlaku a vstřikovací rychlosti dopraví co nejšetněji do temperované tvarové dutiny formy. [8] Proces práškového vstřikování se skládá z těchto základních kroků:

- PIM granulát se umístí do násypky vstřikovacího stroje
- Pojivo ve směsi se roztaví pomocí topného systému
- Roztavený materiál se vstřikuje pod vysokým tlakem (60 MPa nebo i více) do dutiny formy
- Forma zůstává uzavřená, dokud se výstřik nezchladí na požadovanou teplotu, při které pojivový systém ztuhne
- Po ztuhnutí pojiva se forma otevře a výstřik je uvolněn
- Vystříknutý díl je vyjmut z formy. Kvůli křehké povaze se proces vyjmutí provádí ručně nebo pomocí robotického systému [7]

Cílem vstřikování u PIM technologie je dosáhnout požadovaný tvar bez defektů nebo jiných závad s homogenním rozložením prášku. [3] Vady a defekty vzniklé při vstřikování již nelze napravit v průběhu následného odstraňování pojiva nebo slinování. Proto se klade velký důraz na reprodukovatelnost a bezchybné vstřikování. [1] Stejně stroje používané pro vstřikování plastů se také používají pro PIM Obr. 5. Nicméně stroje pro zpracování PIM mají speciální úpravy, jako například vysoce odolný povrch válce proti opotřebení nebo speciální geometrii šneku přizpůsobenou pro vysoce plněné PIM směsi PIM. [9]



Obr. 5 Vstřikovací stroj pro technologii PIM [6]

Konstrukce formy je jedním z důležitějších kroků k úspěšné realizaci PIM procesu. Dutina formy musí být větší o následné smrštění (přibližně 20 %). Důvodem je to, že tvarový díl se bude zmenšovat v průběhu slinovacího procesu. Tato hodnota závisí na objemovém obsahu prášku ve směsi, málo prášku velké smrštění. Vstřikovací forma je obvykle vyrobena z oceli, hliníku nebo slitiny kovů. [6]

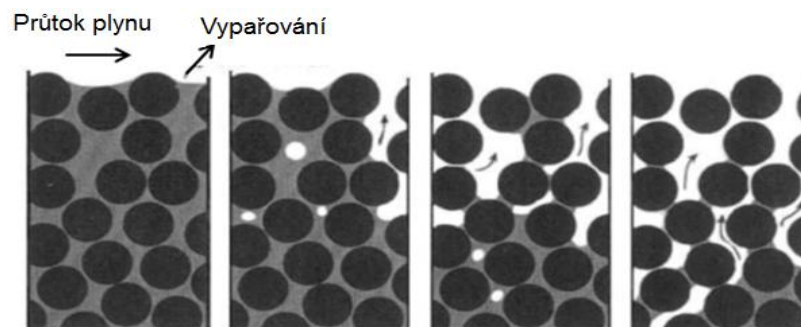
1.3 Odstraňování pojiva

Před slinováním, musí být odstraněno organické pojivo, aniž by se narušilo spojení práškových částic. Tento proces se označuje jako odstraňování pojiva. Organické polymery musí být odstraněny úplně, protože zbytky uhlíku mohou ovlivnit proces slinování a mohou mít negativní vliv na kvalitu konečného produktu [7]. Nejčastěji používané techniky odstraňování pojiva jsou:

- Tepelně
- Rozpouštědlem
- Katalytické [7]

Tepelné odstraňování pojiva

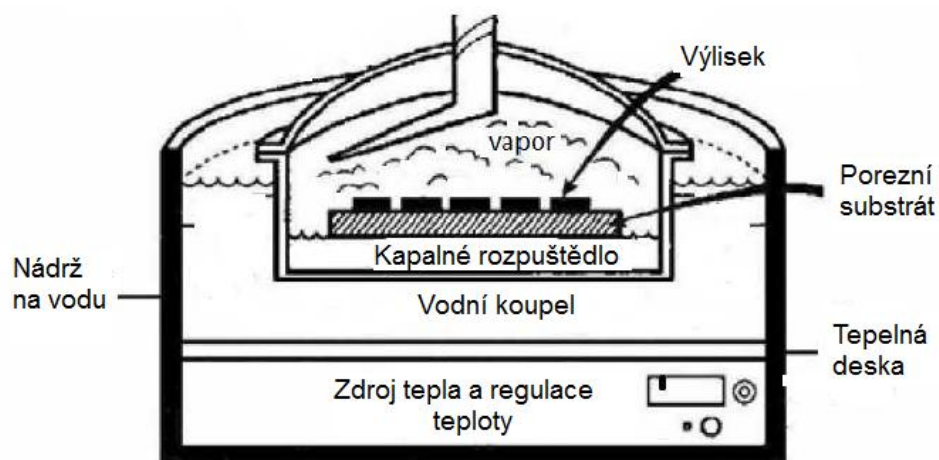
Během tepelného odstraňování pojiva se pojivo odstraní prostřednictvím vysoké teploty. Odstraňování pojiva se provádí v speciální peci, často s nuceným oběhem atmosféry a při vysokých teplotách. Podle použitého pojivového systému a vybraného prášku se používají různé teploty a ochranné atmosféry (vodík, dusík, argon atd.). Je zapotřebí malý a rovnoměrný ohřev, aby se zabránilo porušení součástí. Tepelné odstraňování pojiva obvykle trvá mnoho hodin nebo dokonce několik dní, což je ekonomicky nákladné. Čas potřebný k odstranění pojiva je dán především tloušťkou stěny tvarového dílu. Průběh tepelného odstraňování pojiva je zobrazen na Obr. 6. [6]



Obr. 6 Průběh tepelného odstraňování pojiva [5]

Odstraňování pojiva pomocí rozpouštědla

Rozpouštěcí metody bývají rychlejší než tepelné metody, ale jejich nevýhodou je vyšší cena zařízení a použitého materiálu. Výjimku tvoří případ, kdy je rozpouštědlem voda. [5] Odstraňování pojiva rozpouštědlem je dnes hodně používán a provádí se ponořením dílce do kapalného nebo plynného rozpouštědla při nízké teplotě, obvykle 50 až 60 °C. Během odstraňování pojiva rozpouštědlem se rozpustí všechny součásti pojiva kromě termoplastu, který je jednou ze složek použitých v pojivovém systému. Je nutné, aby rozpouštěné činidla a polymer byly navzájem nerozpustné. Vykonává se ponořením části v rozpouštědle (zahřátém na vhodnou teplotu) po dobu několika hodin. Alternativou je odstraňování pojiva pomocí páry rozpouštědla, jak lze vidět na Obr. 7. Vzniklé páry rozpouštědla vyvolají kondenzaci na součásti a následně se extrahuje organická složka pojiva. Tato metoda může být také kombinovaná s následným ponořením. Volba rozpouštědla závisí na pojivovém systému, dříve se používaly rozpouštědla, jako jsou etylen-dichlorid, heptan nebo trichlorethan, ale byli zdraví škodlivé a měli vyšší cenu, proto se dnes už moc nepoužívají. [6]



Obr. 7 Proces odstraňování pojiva párou [7]

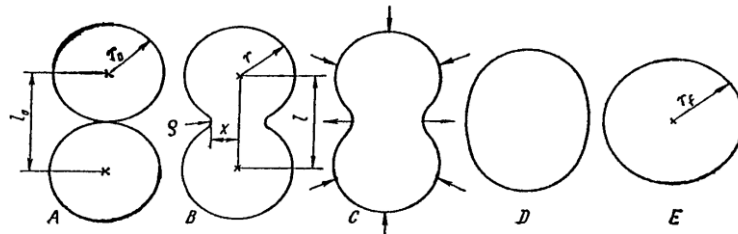
Katalytické odstraňování pojiva

Katalytické odstraňování pojiva může být použito pro pojiva, které se rozkládají na menší molekuly v přítomnosti katalyzátoru, pokud jsou zahřáty na vhodnou teplotu. Nejběžnějším příkladem je pojivo na bázi polyoxymetyleny (POM), někdy také označováno jako polyacetal. S použitím katalyzátoru, se polymer na povrchu výlisku rozkládá na monomery a odpařuje se. Jakmile se monomery z povrchu odpaří, proces depolymerace pokračuje hlouběji do tvarovaného dílu, čímž dochází k odstraňování pojiva

z vnějšku směrem dovnitř. Teplota a koncentrace katalyzátoru hrají klíčovou roli při určování rychlosti odstraňování pojiva, jakož i velikost částic prášku a geometrie tvarovaného dílu. [7] Ke katalytickému odstraňování pojiva se používají speciální pece, ve kterých se pojivo odstraňuje v nehořlavých ochranných plynech a odpadní plyny vznikající při odstraňování pojiva jsou spalovány hořákem. [10]

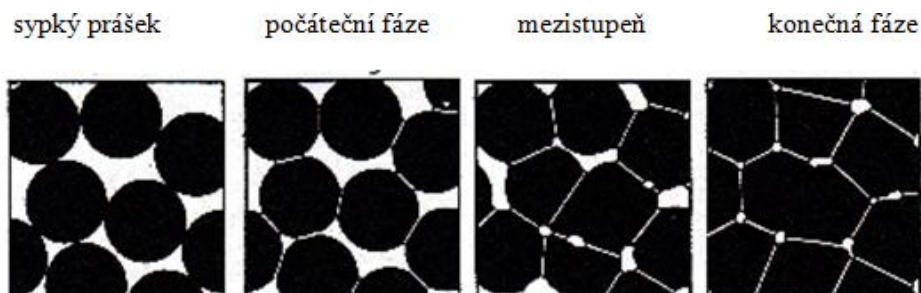
1.4 Slinování

Při slinování se spojují jednotlivé částice prášku v kompaktní celek (Obr. 8) a lze tím dosáhnout konečných vhodných vlastností. Slinování vyžaduje ohřev na slinovací teplotu, která závisí na typu prášku a dále na jeho fyzikálních a chemických vlastnostech. Kvalita výrobku se posuzuje dle dosažené hustoty.[5]



Obr. 8 Schéma stádií slinování dvou sférických částic [11]

Kovové prášky jsou slinovány v ochranné atmosféře nebo ve vakuu. To zabraňuje oxidaci kovu a snižuje oxidy na povrchu částic prášku. Pro keramické prášky, jakákoliv ochranná atmosféra není potřeba z důvodu neoxidujícího chování keramického prášku. [6] První fáze slinování je spojena s odstraňováním posledních zbytků termoplastického pojiva. Pokud by došlo k odstranění veškerého pojiva před dosažením slinovací teploty, byl by výrobek velmi křehký a mohlo by dojít k jeho deformaci či zborcení. Na Obr. 9 je znázorněn průběh změny ve struktuře během spékání. [5]



Obr. 9 Vývoj mezi částicové vazby a změny ve struktuře v průběhu spékání [3]

2 SLOŽENÍ PIM SMĚSI

PIM směsi se skládají z prášku (kovový nebo keramický) a pojiva. Pět faktorů určující vlastnosti směsi jsou – charakteristika prášku, pojivová kompozice, poměr pojiva a prášku, směšovací metoda, a technika peletizace. [5]

2.1 Kovové a keramické prášky

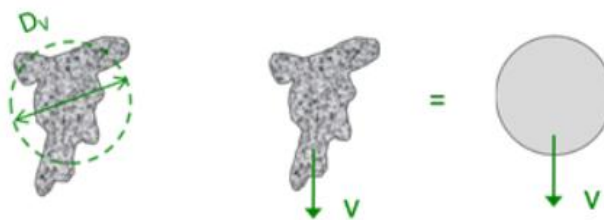
Prášek tvoří konečný výrobek a je složen z částic, které jsou běžnými mechanickými postupy dále nedělitelné. Existuje celá řada typů prášků z kovu a keramiky (Obr. 10), které se navzájem liší svojí charakterizací. [5]



Obr. 10 Kovový a keramický prášek [12]

Kovové prášky zahrnují řadu běžných a několik méně běžných kovů a jejich slitin - prosté a nízkolegované oceli, rychlořezné oceli, nerezové oceli, legované slitiny, magnetické slitiny a tvrdé kovy. Prakticky jakýkoli kov může být zpracováván pomocí MIM kromě čistého hliníku, který vytváří oxidovanou vrstvu na povrchu, což zabraňuje slinování. Pokud jde o keramiku, jakýkoliv materiál, zpracovaný běžnými keramickými tvářecími technikami, může být zpracován PIM. Příklady zahrnují oxid hlinitý (Al_2O_3), oxid titaničitý (TiO_2), oxid zirkoničitý (ZrO_2), křemičitý grafit, a nitrid boru. Z ekonomického hlediska nejvhodnější materiály pro PIM jsou ty nejdražší, protože není žádný odpad (odpad se recykluje). Nejdůležitější vlastnosti prášku je velikost částic, distribuce velikosti a jejich tvar. [5]

Velikost částic lze vyjádřit na základě geometrických charakteristik průmětu částice – tzv. geometrickým průměrem. Vzhledem k tomu, že částice jsou obecně nepravidelné, je účelné vyjádřit jejich velikost jediným rozměrem. Zpravidla se pak jedná o průměr koule, která je s částicí ekvivalentní, tj. bude mít stejnou některou kvantifikovanou fyzikální vlastnost – tzv. ekvivalentní průměr (Obr. 11). [13]



Obr. 11 Definice ekvivalentního průměru koule D_v [13]

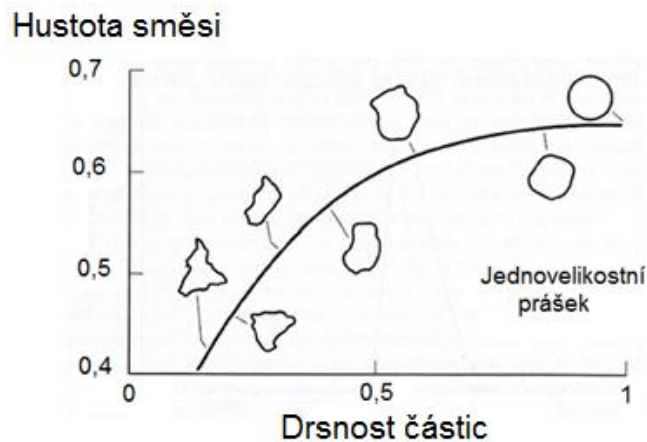
Velikost částic se měří například metodou laserové difrakce, tzn. velký počet částic je osvícen současně a difrakční obraz snímáný fotodetektorem představuje superpozici interferenčních obrazů jednotlivých částic. Měření velikosti může být vedeno dvěma způsoby a to tzv. mokrou cestou, kdy je vzorek vpraven do roztoku, který je dále proháněn přes měřicí celu anebo tzv. suchou cestou, kdy je měřený vzorek vpraven na lodičku, ze které je sypan do systému a dále unášen do měřicí cely. [13]

Tvar částic je závislý na druhu prášku a způsobu jeho výroby. Různé tvary zrn prášku podle vnějšího geometrického vzhledu jsou na Obr. 12. Částice se neliší pouze tvarem, ale mnohdy i kvalitou povrchu. Některé částice mohou mít téměř hladký povrch, např. částice připravované granulací, atomizací taveniny, kondenzací nebo rozkladem karbonylu. Jiné prášky mohou mít povrch značně členitý, např. Fe prášek vyráběný redukcí. [13]



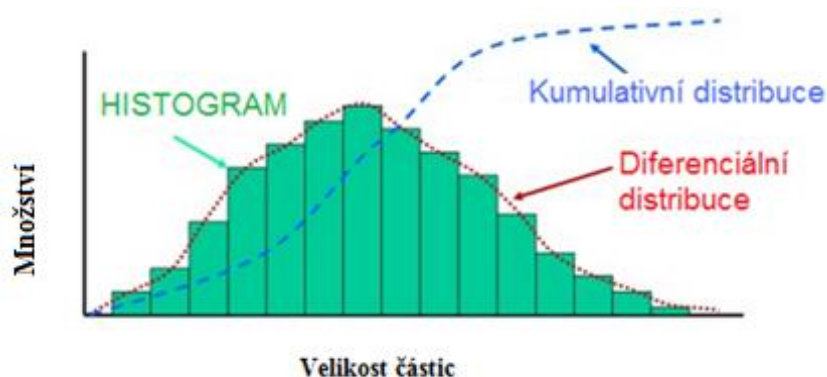
Obr. 12 Různé tvary zrn prášku dle vnějšího geometrického vzhledu [13]

Tvar částic ovlivňuje hustotu směsi, jak lze vidět na Obr. 13. Nejvyšší hustota směsi je u částic sférického tvaru a naopak. [14]



Obr. 13 Vliv tvaru částic na hustotu směsi [14]

Distribuce velikosti částic – každý práškový materiál má různě velké částice, jejichž velikost klesá spojitě od maximální velikosti až po určitou spodní mez. Tento rozsah velikostí se z praktického hlediska rozděluje na několik tříd, ve kterých se nacházejí částice s určitým rozdílem velikostí. Velikostní charakteristiky lze prezentovat jako distribuční funkce, které udávají množstevní podíl částic, patřících určitému velikostnímu parametru. Tyto množstevní podíly mohou být vyjádřené buď jako kumulativní nebo frekvenční distribuce. Distribuci velikosti částic Obr. 14 lze stanovit různými metodami podle stupně dispersity. Pro hrubé prášky s velikostí nad 50 μm se v praxi používá síťový rozbor, pro jemnozrnné prášky např. mikroskopické měření, sedimentace, třídění vzduchem, laserový analyzátor, aj. [13]



Obr. 14 Distribuce velikosti částic [15]

Kromě těchto hlavních faktorů, jsou i další, které je třeba brát v úvahu při výrobě PIM, například dostupnost prášku na trhu a cena prášku. Velikost částic ideálního PIM prášku se pohybuje mezi 0,1 a 20 μm , distribuce široká (Tabulka 1) a tvar pravidelný kruhový. Pokud se změní tvar a velikost prášku, může to mít vliv na tokové vlastnosti suroviny. Charakteristiky ideálních kovových a keramických prášků používaných pro PIM technologie jsou shrnuty níže. [5]

- distribuce velikosti částic by měla být široká a pravidelný kulatý tvar je výhodný pro lepší chování toku
- typická velikost částic komerčně využívaného prášků je mezi 0,5 a 20 μm , velikost částic je důležitá pro slinování
- husté částice bez vnitřních dutin jsou výhodné
- minimální segregace, čistý povrch částic je nezbytný [5]

Tabulka 1 Typická distribuce velikosti částic pro MIM prášky (μm) [16]

	D10 (%)	D50 (%)	D90 (%)
- 38 μm	5.5	13.0	31.0
- 32 μm	5.0	12.0	29.0
80% - 22 μm	4.5	11.5	27.0
90% - 22 μm	4.0	10.5	22.0
90% - 16 mikronů	3.5	8.0	16.0

Ve skutečnosti, výběr je omezen na to, co je na trhu k dispozici, ale rostoucí poptávka motivuje výrobce prášku, aby splňovaly zvláštní požadavky PIM. [12] Volba správného materiálu pro konkrétní aplikaci často rozhoduje úspěch PIM projektu. Příklady PIM prášků Tabulka 2. [17]

Tabulka 2 Příklady PIM prášků [17]

Materiály - aplikace	Označení	Specifické vlastnosti
Nerez – lékařství, elektronika, nástroje, sportovní zboží, letectví, kosmonautika, spotřební zboží	17 – 4PH	Pevnost
	316L	Korozivzdornost
	410L, 420L	Tvrdost, otěruvzdornost
	430L	Magnetičnost
Nízkolegované ocel – nástroje, ložiska, spotřební zboží	2200	Magnetičnost
	2700	Vysoký obsah niklu
	4605	
	8620	Kalitelnost
	4140	
	52100	
Nástrojová ocel – řezné nástroje na dřevo a kov	M2	Nízká cena
	M4	Procesuschopnost
	T15	Vysokorychlostní
	M42	Vysokorychlostní
	H13	
Titan – lékařství, letectví, kosmonautika, spotřební zboží	Ti	Nízká hmotnost
	Ti-6Al-4V	Nízká hmotnost, pevnost
Měď – elektronika, regulace teploty	Cu	Vysoká tepelná a elektrická vodivost
	W-Cu, Mo-Cu	Vysoká tepelná vodivost, nízká tepelná roztažnost
Magnetické – elektronika, solenoidy, armatury, relé	Fe-3%Si	
	Fe-50%Ni	
Těžké kovy – řezné aplikace	WC-5Co	Vysoká tvrdost
	WC-10Co	Vysoká tuhost
Žárovzdorné kovy – vysoké teploty, vysoké hustoty, elektronika	Ta	
	W-Ni-Cu, W-Ni-Fe	Vysoká hustota
Keramika – opotřebovací aplikace, trysky kroužky	Alumina	Nízká cena
	Zircona	Vysoká odolnost proti opotřebení
	Silikon Carbide	Vysoká odolnost proti opotřebení
	Silikon Nitride	Vysoký výkon

Keramické a kovové prášky mohou být získávány pomocí různých metod. Keramické prášky se získávají buď mechanicky (drcení, mletí, kombinace drcení - mletí) nebo chemicky (chemická reakce za pečlivě kontrolovaných podmínek). Mechanické metody jsou podstatně levnější než chemické metody. Nicméně, chemické metody umožňují lepší kontrolu nad vlastnostmi prášku, jako je tvar a velikost. Mechanické metody se používají k přípravě prášků z přírodních surovin. Prášek má velikost od 0,1 do 1 μm . Chemické metody se obvykle používají při syntéze prášků ze syntetických materiálů nebo z přirozeně se vyskytujících materiálů. [7] Většina kovových prášků se připravuje rozměňováním rafinované rudy. Frézování a broušení jsou metody, kterými lze produkovat prášky s jakýmkoliv stupněm jemnosti ze sypkých nebo tvárných kovů (například Titan nebo ocel). Avšak ne všechny částice jsou aglomerační. Obecně platí, že částice musí být menší než 45 μm . [7]

2.2 Pojiva pro PIM

Druhá složka PIM suroviny je pojivo. Pojivový systém představuje jeden z nejdůležitějších faktorů v PIM procesu. [6] Aby bylo možné tvářet keramické nebo kovové prášky vstřikováním, musí se smíchat s polymerním pojivem, které jim dodá potřebnou viskozitu. Složení a technika odstraňování pojiva jsou podstatou hlavních rozdílů mezi jednotlivými PIM procesy. Většina použitých pojiv je složena z tří složek. Primární složka pojivového systému slouží k udržení tvaru celku po vstřikování a odstraňování pojiva. Sekundární složka slouží ke snížení viskozity směsi během vstřikování a odstraní se ještě před slinováním. Jako třetí složka jsou přísady, které snižují povrchovou energii při smáčení prášku v pojivu. Složení musí vyhovovat jednotlivým krokům PIM procesu. Musí mít vhodné tokové vlastnosti, zachovat tvar vstřikovaného komponentu až do okamžiku slinování a na závěr musí být dokonale odstraněno. [5] Atributy ideálního pojiva Tabulka 3. [3]

Tabulka 3 Atributy ideálního pojiva [3]

Tokové charakteristiky	Viskozita pod 10 Pa.s při vstřikovací teplotě
	Nízká změna viskozity s teplotou během vstřikování
	Pevnost a tuhost po ochlazení
	Malé molekuly, krátké řetězce, žádná orientace
Interakce s práškem	Malý kontaktní úhel a dobrá přilnavost s práškem
	Kapilární přitažlivost částic
	Chemicky pasivní, pokud jde o prášek
Odstranění pojiva	Více složek s různými charakteristikami
	Nekorozní, netoxický produkt rozpadu
	Nízký obsah popela, nízký obsah kovu
	Teplota rozkladu nad teplotou míchání a vstřikování
Výrobní atributy	Levný, dostupný, bezpečný a ekologický
	Dlouhá doba použitelnosti
	Negradovatelné cyklickým ohříváním (opět použitelné)
	Vysoká mazivost, pevnost, tuhost a tepelná vodivost

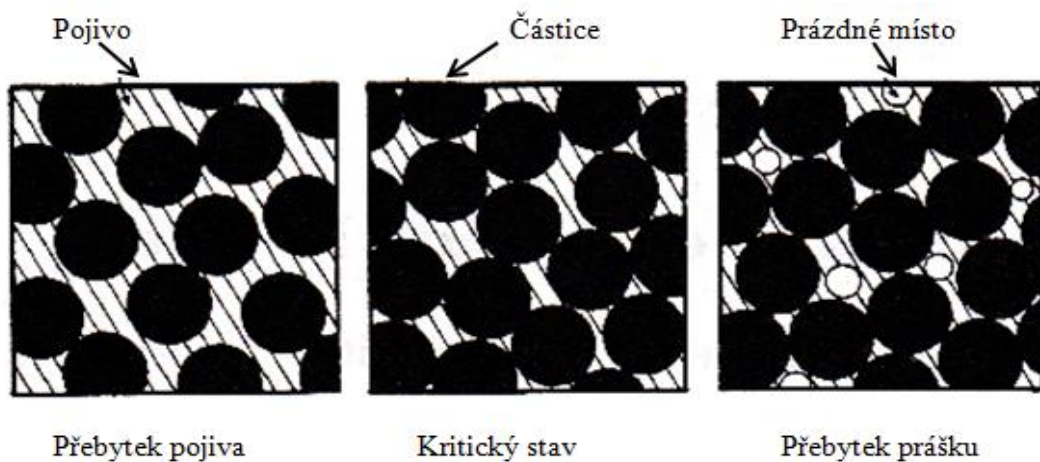
Příklady složení pojivových systémů:

- 41,3 hm % škrobu + 23,3 hm % glycerolu + 28,5 hm % nízko-hustotního polyetylenu + 1,9 hm % kyseliny citrónové + 5 hm % kyseliny stearové
- 45 hm % nízko-hustotního polyetylenu + 55 hm % parafín + 5 hm % kyselin stearové
- 30 hm % parafín + 10 hm % karnaubský vosk + 10 hm % včelí vosk + 45 hm % polypropylen + 5 hm % kyseliny stearové
- 50 hm % vysoko-hustotního polyetylenu + 50 hm % parafín [14]

2.3 Poměr pojiva a prášku

PIM směs musí obsahovat vyvážený poměr prášku a pojiva, který se zaručí stanovením kritického plnění směsi práškem. Poměr pojiva a prášku do značné míry určuje úspěch nebo selhání následných procesů. Tři možné situace jsou zobrazeny na Obr. 15. Příliš málo pojiva zapříčiní vysokou viskozitu a způsobí vznik uzavřených vzduchových bublin v mezičásticovém prostoru. Během odstraňování pojiva tyto dutiny způsobí vznik trhlin, v důsledku vnitřního nahromadění par. Ani nadbytek pojiva není přijatelný. Při nadbytku

dochází k vytvoření nerovnoměrné struktury prášku a vzniku propadlin. Už při odstraňování pojiva komponent nedrží tvar a zhroutí se. [3]



Obr. 15 Tři varianty plnění pojiva práškem[3]

Jako základní při výběru optimální koncentrace pojiva pro PIM je, aby pojivo vyplnilo všechny volné prostory mezi částicemi. [3] Stav, kdy jsou všechny dutiny mezi částicemi vyplněny pojivem a jednotlivé částice se dotýkají, se nazývá kritické plnění. Při tomto stavu dochází k velkému nárůstu viskozity až na nekonečnou hodnotu a materiál přestává téct. Aby nenastal, tento stav musí být každá částice prášku obalená pojivem. Optimální stupeň naplnění pojiva práškem je o 2-5 obj. % nižší, než je kritické plnění. Objemové plnění ϕ je objemový poměr tuhého prášku na celkový objem prášku plus pojiva a lze ho vypočítat:

$$\phi = \frac{\frac{W_p}{\rho_p}}{\frac{W_p}{\rho_p} + \frac{W_b}{\rho_b}} \quad (1)$$

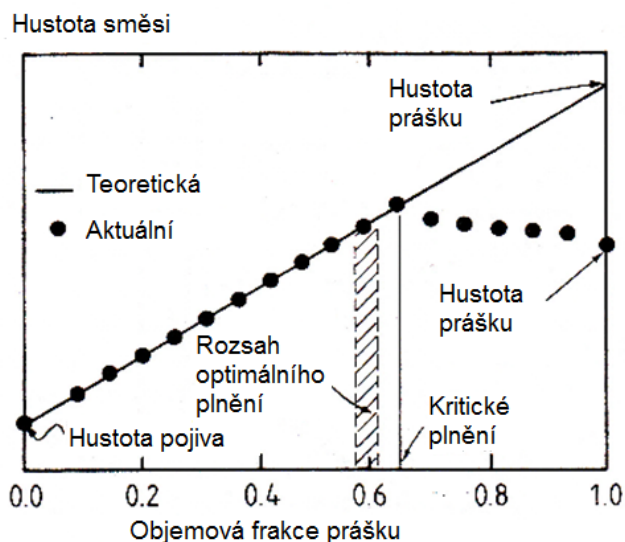
kde W_p , W_b jsou hmotnostní frakce prášku a pojiva, ρ_p , ρ_b jsou hustoty prášku a pojiva. [5]

3 ZPŮSOBY STANOVENÍ KRITICKÉHO PLNĚNÍ

K určení kritického plnění se používají buď metody experimentální, nebo matematické. Z experimentálních metod se nejvíce používá sledování změny hustoty, kroučícího momentu, nebo viskozity v závislosti na obsahu prášku ve směsi. [5]

3.1 Sledování změny hustoty

Hustota výchozího materiálů se měří s přírůstkovým množstvím prášku. Objemový podíl, při kterém se skutečná hustota liší od teoretické, je považován za kritické plnění, jak lze vidět na Obr. 16. Příliš mnoho prášku způsobí vznik uzavřených vzduchových bublin v mezi částicovém prostoru. Odchytky od ideálního chování vykazují nedostatky v obsahu pojiva a tvorbu dutin. [3]



Obr. 16 Sledování změny hustoty [3]

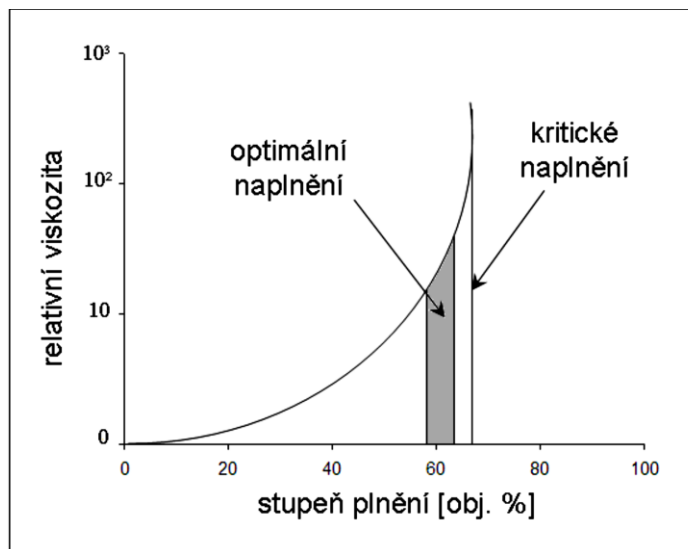
Pro měření skutečné hustoty směsi a prášků se používá například plynový pyknometr. [18]

3.2 Sledování změny viskozity

K určení kritického plnění slouží relativní viskozita (η_r), která je definována jako:

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} \quad (2)$$

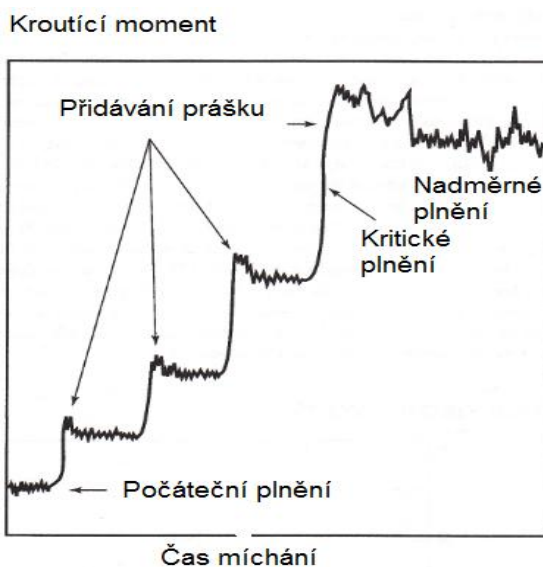
kde η je viskozita směsi a η_0 je viskozita pojiva. [19] Jakmile množství prášku v pojivu, přesáhne kritickou mez, dojde k nárůstu relativní viskozity až na nekonečnou hodnotu (Obr. 17) a materiál přestává téct. [5]



Obr. 17 Sledování změny viskozity [5]

3.3 Sledování změny kroutícího momentu

Ke sledování kroutícího momentu se používá míchací zařízení, ke kterému je připojen snímač zatížení zdroje. Prášek a pojivo se smísí v míchacím zařízení za určité teploty a za určitých otáček. Existují dva způsoby měření a to buď, separátní nebo kontinuální plnění. Při kontinuálním plnění se pojivo vsype do míchacího zařízení, a jakmile je surovina dobře promíchána, přidává se prášek v množství odpovídající nejčastěji 1–2 obj % S každým přidáním prášku se rovnoměrně zvyšuje kroutící moment. Ve chvíli, kdy je ve směsi víc prášku, než je kritické plnění, kroutící moment výrazně vzroste a začne být nestabilní, jak lze vidět na Obr. 18. [5]



Obr. 18 Sledování změny kroutícího momentu [5]

4 REOLOGICKÉ VLASTNOSTI SMĚSI

Z řeckého slova *rheos* (tok, proud) je odvozen název oboru reologie, zabývající se deformací a tokem materiálů. Každý materiál při působení síly podléhá deformaci. Pokud se deformace zvětšuje s dobou působení síly, materiál teče. Úměru mezi působící silou (tečným napětím) a rychlostí změny deformace (smykovou rychlostí) udává materiálová vlastnost viskozita. Viskozita nám říká, jak velké má kapalina vnitřní tření a jaký klade odpor proti tečení. Tedy materiály s nízkou viskozitou tečou snadno, s vysokou naopak hůře. K stanovení viskozity se používají dva základní typy reometrů a to kapilární, nebo rotační. [20]

Základní popis kapalin – reálné (skutečné) kapaliny a ideální (dokonalé) kapaliny. Pro popis vlastností kapalin zavádíme pojem ideální kapalina – je to kapalina bez vnitřního tření (neviskózní), má nulovou objemovou roztažnost i stlačitelnost, nulovou rozpustnost plynů, nevypařuje se. [22]

Viskozita kapalin je definována za předpokladu laminárního proudění kapalin. Projevuje se jako odpor proti pohybu částic kapalin. Viskozita je závislá na druhu kapaliny. [22]

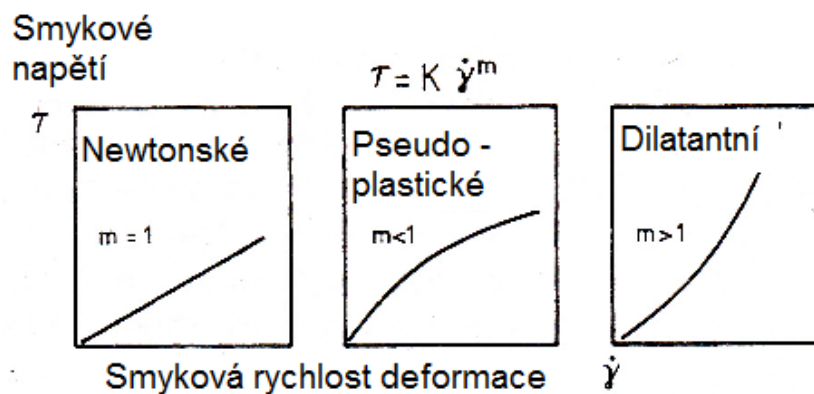
1. Newtonovské kapaliny – viskozita závisí jen na teplotě, je splněna přímá úměrnost mezi smykovým napětím a gradientem rychlosti - Newtonův zákon viskozity (např. voda, mléko, roztok cukru, minerální oleje).

2. Ne-newtonovské kapaliny časově závislé – viskozita závisí na čase.

3. Ne-newtonovské kapaliny na čase nezávislé – závisí na teplotě. Rozlišujeme:

- pseudoplastické (řidnoucí) – viskozita klesá se zvyšujícím se smykovým napětím (kečup)

- dilatantní (houstnoucí) – viskozita roste se zvyšujícím se tečným napětím [22]



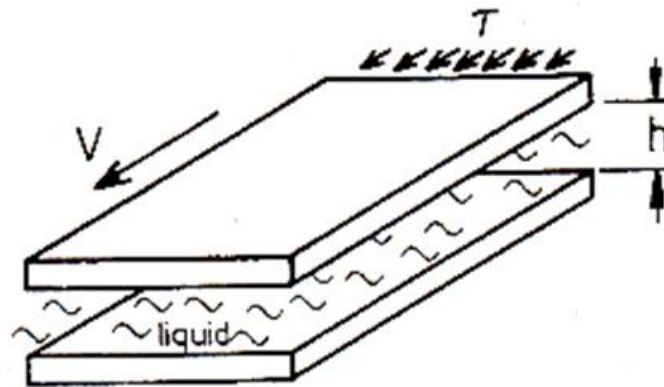
Obr. 19 Tři grafy znázorňující rozdíl v chování u hlavních kategorií kapalin [3]

Uvažujme dvě rovnoběžné desky s rozestupem h . Mezi deskami je kapalina a spodní deska je připevněna. Horní deska se pohybuje rychlostí v , jak je načrtnuto na Obr. 20. Smykové napětí τ je síla na jednotku plochy a smykové namáhání γ je relativní pohyb obou desek. Při přemístění desek relativně vůči sobě navzájem, smyková rychlost deformace $\dot{\gamma}$, lépe známý jako smyková rychlost, je změna napětí dělená časem. Za předpokladu, že je smyková rychlost stejná v celé kapalině platí:

$$\dot{\gamma} = v/h \quad (3)$$

Za předpokladu, že se rychlost nemění s časem, se odpor kapaliny na stříh nazývá viskozitou η a je definován [3]:

$$\eta = \tau/\dot{\gamma} \quad (4)$$

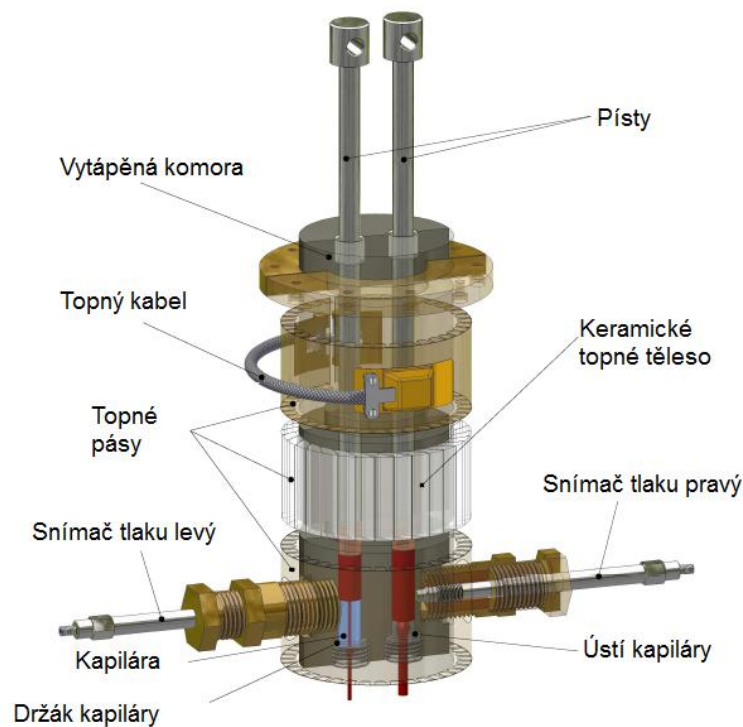


Obr. 20. Zobrazení smykového napětí v kapalině [3]

Viskozitu směsi pojiva a prášku nelze vyjádřit jednoduchou závislostí jednotlivých složek a jejich množství ve směsi. Existuje mnoho parametrů, které je ovlivňují. Kromě polymerů tvořících pojivo je viskozita značně závislá na typu použitého prášku. Velikosti jeho částic, distribucí velikosti částic, na koncentraci prášku v pojivu a vzájemných interakcí mezi pojivem a práškem. [5][22]

4.1 Kapilární reometr

Tento typ výtlačného reometru měří pokles tlaku spojený s nuceným průtokem roztavené suroviny přes kapiláru. Aby bylo možné změřit celkovou tlakovou ztrátu je ve vstupní oblasti těsně před kapilárou umístěn snímač tlaku, jak je zobrazeno na Obr. 21. [19]



Obr. 21 Kapilární reometr [19]

Měřený materiál se vloží do zásobníku a dokonale zhutní. Potom se roztaví přes stěny zásobníku, které jsou vyhřívány. Následně píst tlačí roztavený materiál přes kalibrovanou kapiláru. Sledovanou veličinou je tlakový spád v kapiláře. Ze změřeného tlaku můžeme vyjádřit smykové napětí [19]:

$$\tau = \frac{\Delta p R}{2L} \quad (5)$$

kde τ je smykové napětí, Δp tlakový spád v kapiláře, R poloměr kapiláry a L délka kapiláry. Rychlost smykové deformace se vypočítá:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (6)$$

kde Q je objemový průtok a R poloměr kapiláry. Ze smykového napětí vyjádříme viskozitu směsi:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (7)$$

kde η je viskozita a $\dot{\gamma}$ rychlost smykové deformace.

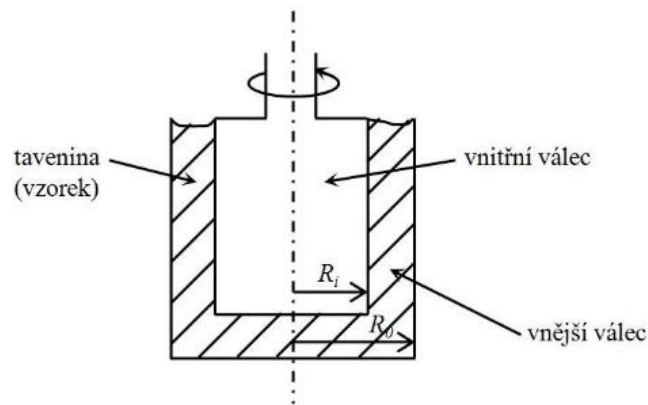
4.2 Rotační reometr

Existují různé typy geometrií, nejčastěji to jsou:

- Typ válec – válec
- Typ kužel – deska
- Typ deska - deska

Typ válec – válec

Toto geometrické uspořádání je vhodné pro nízkoviskózní materiály. Polymerní tavenina je podrobena smykovému namáhání mezi dvěma soustřednými válci, z nichž jeden (většinou vnitřní) se otáčí konstantní úhlovou rychlostí ω a druhý je stacionární (Obr. 22)



Obr. 22 Reometr typu válec – válec [21]

Rychlost smykové deformace se u tohoto geometrického uspořádání mění s poloměrem r :

$$\dot{\gamma} = r \frac{d\omega}{dr} \quad (8)$$

Smykové napětí vyjadřuje vztah:

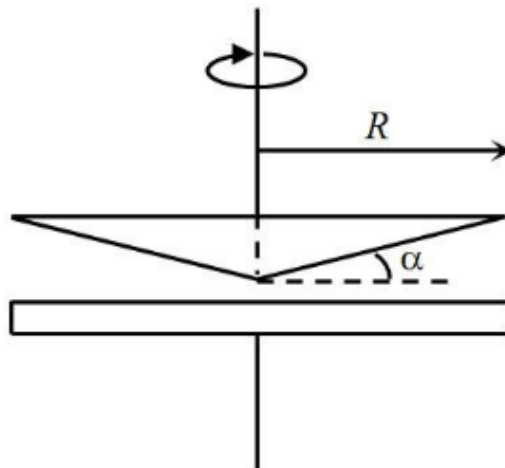
$$\tau = \frac{M}{2\pi r^2} \quad (9)$$

kde M je kroučící moment a ω úhlová rychlost na poloměru r .

Typ kužel – deska

Nespornou výhodou tohoto uspořádání je, že tokové podmínky jsou přesně definovány.

Uspořádání tohoto reometru je schematicky znázorněn na Obr. 23.



Obr. 23 Reometr typu kužel – deska [21]

Deska je stacionární a kužel s poloměrem R rotuje kolem své osy konstantní úhlovou rychlostí ω . Testovaný vzorek je umístěn mezi deskou a kuželem. Za předpokladu, že je úhel α mezi deskou a kuželem malý (několik stupňů), lze rychlost smykové deformace odvodit obdobně jako u Newtonova zákona:

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega}{r} \quad (10)$$

Při tomto geometrickém uspořádání jsou tedy rychlost smykové deformace, a stejně tak smykového napětí, nezávislé na pozici mezi kuželem a deskou [21].

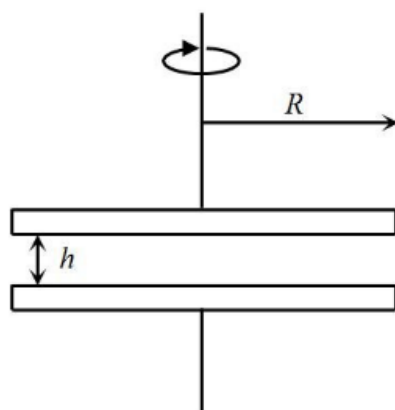
Typ deska – deska

Podstatným rozdílem v geometrickém uspořádání rotačního reometru deska – deska (Obr. 24) oproti reometru typu kužel – deska je, že rychlost smykové deformace je závislá na vzdálenosti mezi deskami h :

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega R}{h} \quad (11)$$

Smykové napětí získáme z měřené veličiny kroutícího momentu:

$$\tau = \frac{2M_k}{\pi R^3} \quad (12)$$



Obr. 24 Reometr typu deska – deska [21]

5 SHRNUÍ TEORETICKÉ ČÁSTI

V teoretické části diplomové práce je vysvětlena a popsána metoda zpracování práškových materiálů (keramických a kovových) injekčním vstřikováním. Kapitoly jsou řazeny tak, aby vznikl ucelený a přehledný popis této metody. Nejdříve je vysvětleno, v čem tato metoda spočívá a je popsáno z jakých kroků se skládá. Každý z kroků je vysvětlen a popsán, aby bylo možno si představit, jak celá tato metoda funguje. Následuje popis materiálů, které se používají u této metody. Jsou zde popsány nejdůležitější vlastnosti u prášků (velikost částic, distribuce velikosti částic, jejich tvar) a u pojiva (tokové charakteristiky, interakce s práškem, odstraňování pojiva) a je zde vysvětleno, jaké by měli mít ideální vlastnosti, aby měl konečný výrobek požadovanou kvalitu a byl bez vad. Dále jsou popsány metody stanovení maximálního kritického plnění PIM směsí, a jak se stanoví optimální plnění PIM směsí. Na závěr jsou vysvětleny reologické vlastnosti směsi, protože správná viskozita směsi je důležitá při vstřikování.

II. PRAKTICKÁ ČÁST

6 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce je připravit PIM směsi ze dvou druhů prášků a stanovit maximální kritické plnění práškového materiálu pro danou polymerní matici pomocí různých metod. Jednotlivé PIM směsi budou připraveny mícháním na laboratorním hnětiči Brabender. U každé z PIM směsi bude stanoveno kritické plnění třemi metodami a to sledováním změny:

- krouťicího momentu
- hustoty
- viskozity + relativní viskozity

Sledování změny krouťicího momentu budeme měřit na laboratorním hnětiči. Sledování změny viskozity budeme měřit na kapilárním reometru a sledování změny hustoty budeme měřit na plynovém pyknometru.

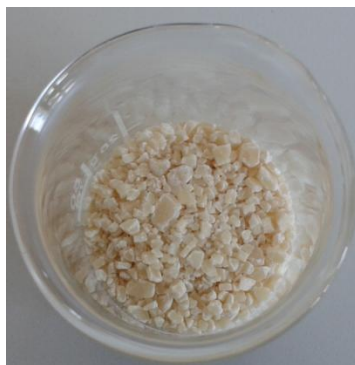
Na základě výsledků zvolíme optimální plnění PIM směsi.

7 MATERIÁLY POUŽITÉ PRO PIM SMĚSI

Pro přípravu PIM směsi byly použity dva typy prášků (keramický a kovový), pojivový systém Licomont a kyselina stearová (přísada).

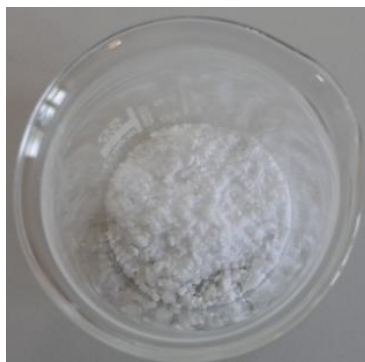
7.1 Pojivový systém

Licomont EK 583 – G je pojivový systém (Obr. 25), jehož výrobcem je společnost Embe Product z Německa. Tento pojivový systém je částečně rozpustný ve vodě a je vhodný pro jemnozrnné prášky. Jeho hustota dle výrobce je $1,05 - 1,15 \text{ g/cm}^3$, viskozita při $130 \text{ }^\circ\text{C}$ je $1,2 - 1,5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. a bod tání je mezi $105-115 \text{ }^\circ\text{C}$. [23] Naměřená hustota pyknometrem je $1,073 \text{ g/cm}^3$.



Obr. 25 Licomont EK 583-G

Přísady – používají se k dosažení požadovaných vlastností polymerních systémů. V našem případě použijeme **kyselinu stearovou (SA)** od výrobce Sigma – Aldrich. Tato kyselina se používá pro zlepšení adheze mezi práškem a polymerním pojivem. Je to bílá voskovitá látka patřící do kategorie vyšších mastných kyselin (Obr. 26), s hustotou $0,85 \text{ g/cm}^3$ a teplotou tání $67 - 72 \text{ }^\circ\text{C}$. [23]

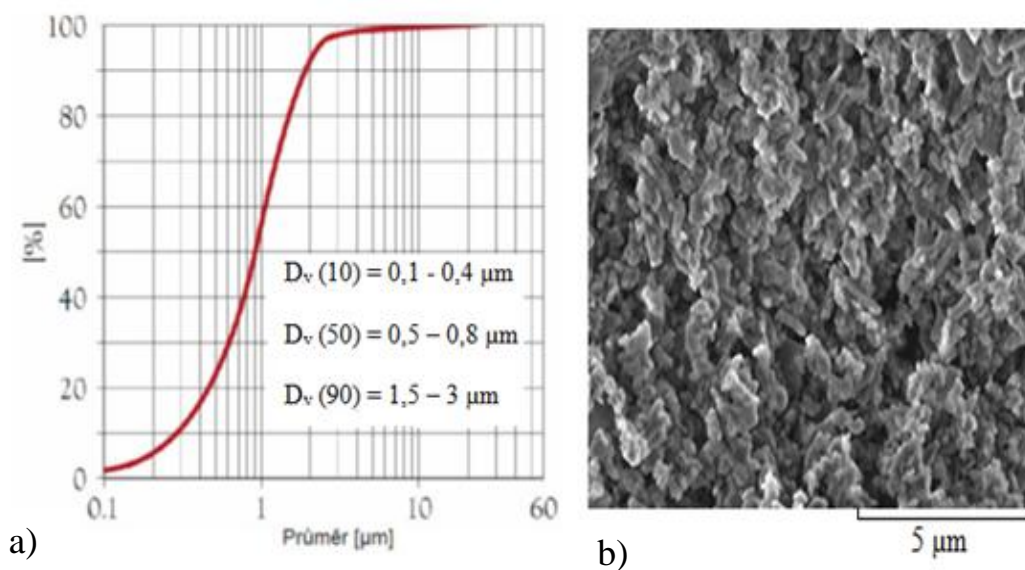


Obr. 26 Kyselina stearová

7.2 Prášky

Keramický prášek

Při míchání PIM směsi byl použit keramický prášek oxidu hlinitého (Al_2O_3) s názvem Martoxid MR70 od výrobce Albemarle Corp. (USA), který je nejčastěji využívaný keramický prášek v PIM. Díky svým skvělým mechanickým vlastnostem bývá používán v extrémních podmínkách (vysoké teploty, korozivní prostředí). Obr. 27 znázorňuje distribuční křivku velikosti částic zaznamenanou pomocí analyzátoru Cilas 1064. Hustota prášku uváděná výrobcem je $2,2 - 2,4 \text{ g/cm}^3$. [24]



Obr. 27. Prášek Al_2O_3 a) distribuční křivka velikosti částic b) SEM částice [24]

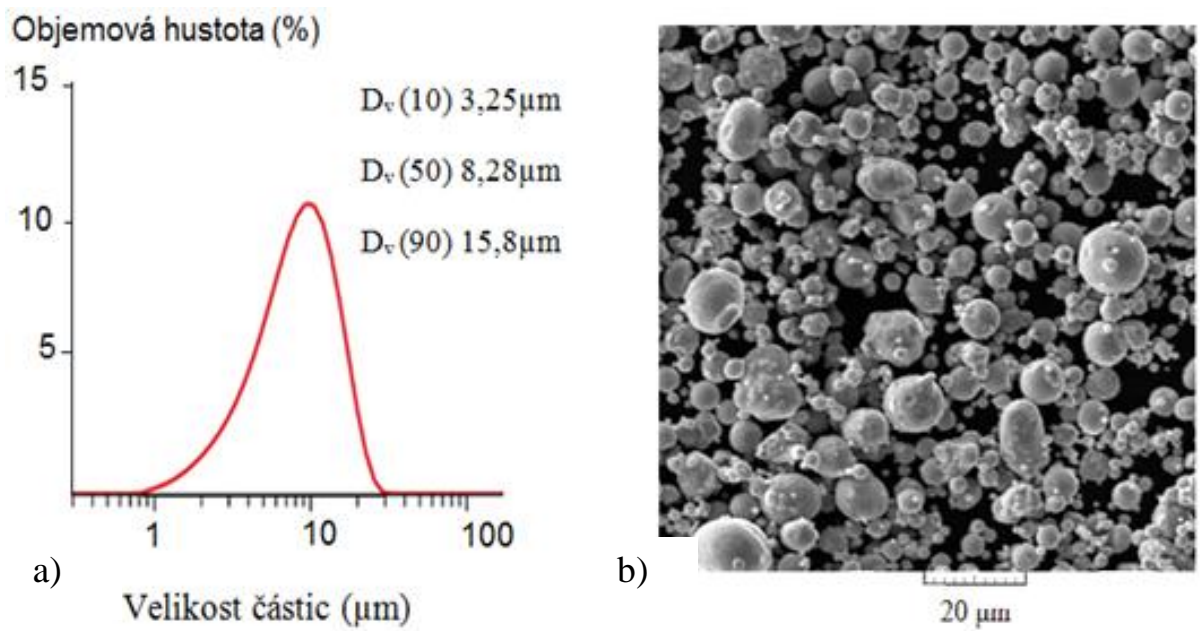
Kovový prášek

Při míchání PIM směsi byl použit kovový prášek s označením 17-PH4. Kovový prášek pro vstříkávání (MIM) je k dispozici v širokém rozsahu distribuce velikosti částic, od $5 \mu\text{m}$ až $38 \mu\text{m}$. Hustota prášku je $7,793 \text{ g/cm}^3$. Prášek poskytuje vynikající kombinaci vysoké pevnosti, dobré houževnatosti a odolnosti proti korozi. Složení prášku lze vidět v Tabulka 4. [25]

Tabulka 4 Složení prášku 17-PH4 [25]

Složení	Uhlík	Mangan	Fosfor	Síra	Křemík	Chrom	Níkl	Měď	Niob
%	0,07	1	0,04	0,03	1	15-17	3-5	3-5	0,3

Distribuční křivka velikosti částic (Obr. 28) byla změřena laserovým analyzátozem Mastersizer 3000 od firmy Malvern (Obr. 29).



Obr. 28 Kovový prášek 17-4 PH a) distribuční křivka velikosti částic b) SEM tvaru částic



Obr. 29 Laserový analyzátor Mastersizer 3000

8 SLOŽENÍ A PŘÍPRAVA SMĚSÍ

Každá směs obsahovala pojivový systém, který se skládal z 98 hm. % Licomontu a 2 hm.% SA. Měnil se pouze objem keramického nebo kovového prášku. Míchání a homogenizace pojiva a prášku proběhla dvěma způsoby:

- **Separátním plněním** – objem prášku je ve směsi je konstantní
- **Kontinuálním plněním** – objem prášku je do směsi přidávám kontinuálně

V Tabulka 5 a Tabulka 6 jsou hmotnosti a objemové plnění jednotlivých směsí připraveny separátním plněním. U keramického prášku se začalo s nižším objemovým plněním, protože má menší distribuci částic a tím větší povrch, který bude potřebovat větší množství pojiva.

Tabulka 5 Hmotnost jednotlivých komponentů ve směsích Al₂O₃ – separátní plnění

Číslo měření	Licomont + SA (obj %)	Al ₂ O ₃ (obj %)	Licomont (g)	SA (g)	Al ₂ O ₃ (g)
1	50	50	23,63	0,48	91,04
2	49	51	23,16	0,47	92,86
3	48	52	22,69	0,46	94,69
4	47	53	22,21	0,45	96,51
5	46	54	21,74	0,44	98,33
6	45	55	21,27	0,43	100,15
7	44	56	20,80	0,42	101,97
8	43	57	20,33	0,41	103,79
9	42	58	19,85	0,40	105,61

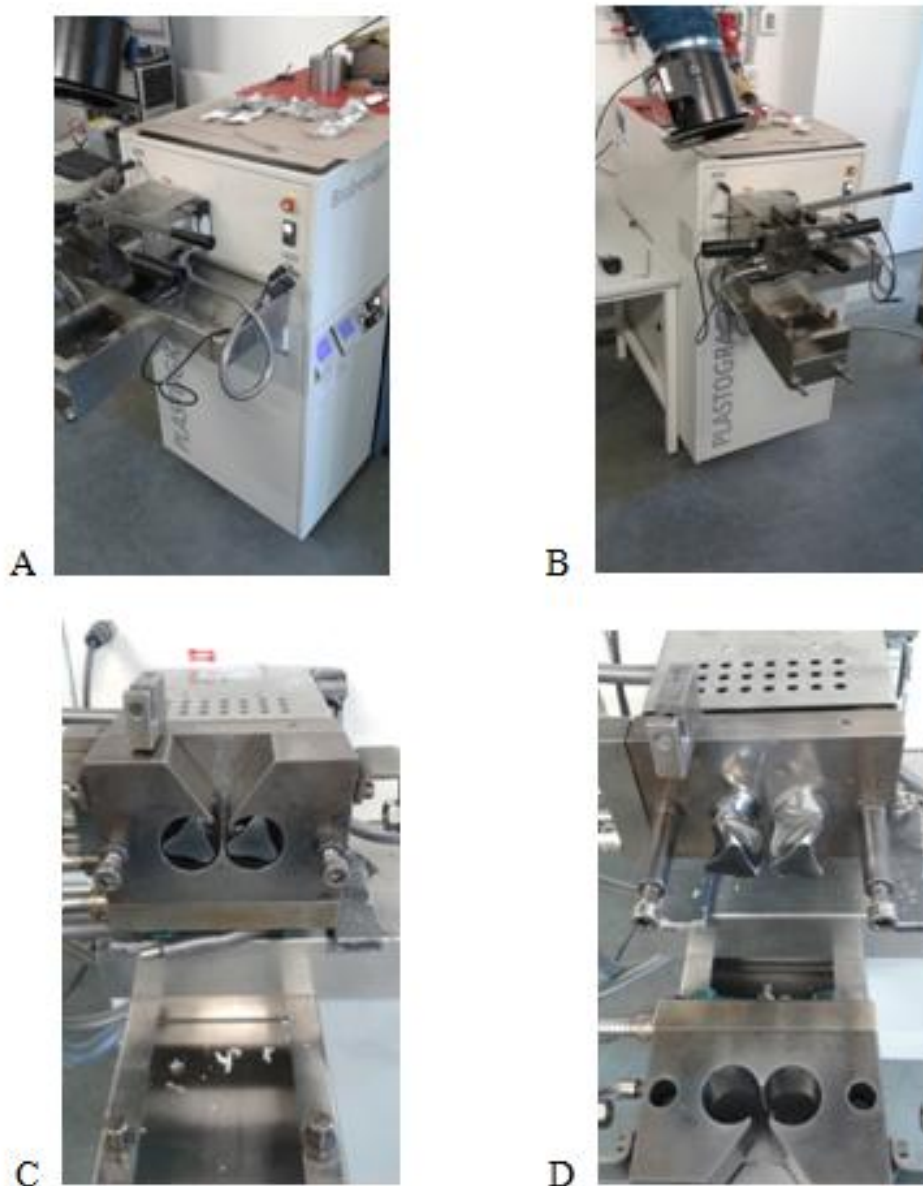
Tabulka 6 Hmotnost jednotlivých komponentů ve směsích 17-4 PH – separátní plnění

Číslo měření	Licomont + SA (obj%)	17-4PH (obj%)	Licomont (g)	SA (g)	17-4 PH (g)
1	40	60	18,93	0,39	210,42
2	39	61	18,46	0,38	213,51
3	38	62	17,99	0,37	217,43
4	37	63	17,51	0,36	220,51
5	36	64	17,04	0,35	224,44
6	35	65	16,57	0,34	227,52
7	34	66	16,09	0,33	231,46
8	33	67	15,62	0,32	234,52
9	32	68	15,15	0,31	238,47

Hmotnost přísad počáteční směsi Al_2O_3 a 17-4 PH u kontinuálního plnění:

- Licomont – 20,09g, SA – 0,41g, Al_2O_3 – 75,87g
- Licomont – 15,78g, SA – 0,32g, 17-4 PH – 175,35g

Před samotným mícháním bylo potřeba si nachystat materiály, ze kterých se PIM směsi míchaly. Na laboratorní váze se navážilo potřebné množství prášku, pojiva a přísad, které se získalo výpočtem. Míchání směsi probíhalo na laboratorním hnětiči Brabender (Obr. 30) o objemu míchací komory 50 cm^3 , který komponenty směsi smíchal a zhomogenizoval. Objemové plnění komory u separátního míchání bylo 90 obj. % a u kontinuálního plnění bylo počáteční plnění 75 obj. % a s každým přidáním objemu rostlo.



Obr. 30 Hnětič Brabender: A, B pohled zvenku, C komora, D hnětadla

Procesní parametry:

- teplota 160 °C (ve třech zónách hnětiče)
- otáčky hnětiče 50 ot./min.

Postup:

Nejdříve se hnětič vyhřeje na nastavenou teplotu, zapne se kalibrace a až se stroj zkalibruje, tak se začnou do komůrky vsypávat přísady. Nejdříve se nasype Licomont, nechá se roztavit a potom prášek a na závěr kyselinu stearovou.

9 METODY MĚŘENÍ

V experimentu byly ke stanovení kritického plnění použity tři experimentální metody a to sledování změny krouticího momentu, hustoty, viskozity.

9.1 Sledování změny krouticího momentu

Probíhá na laboratorním hnětiči Brabender (Obr. 30), ke kterému je připojen snímač zatížení zdroje. Měření probíhalo během míchání a homogenizaci směsi dvěma způsoby:

- **Postup separátního plnění**

Nejdříve se vsype do hnětiče Licomont, potom 2/3 prášku, následně SA a na závěr se dosype zbytek tedy 1/3 prášku. Počká se, až se směs pořádně promíchá a odečte se hodnota krouticího momentu. Po dokončení míchání dojde k vyprázdnění komůrky míchacího stroje a opakuje se stejný postup. Provedou se měření u prášku Al_2O_3 od 50 obj. % prášku až po 58 obj. % prášku po jednom objemovém procentu a u prášku 17-4 PH od 60 obj. % prášku až po 68 obj. % prášku.

- **Postup kontinuální plnění**

Navází se přísady, které se začnou přidávat do hnětiče. Nejdříve Licomont, následně prášek a SA. Po ustálení krouticího momentu se přidá vždy po 1 obj. % prášku. Počkám, až se ustálí krouticí moment a přidám další 1 obj. % prášku a tak dále až do obsahu prášku u Al_2O_3 58 obj. % a u 17-4 PH 69 obj. %.

9.2 Sledování změny hustoty

Ke sledování změny hustoty se použije plynový pyknometr ULTRAPYC 1200e (Obr. 31), který slouží k měření skutečné hustoty prášku.

Postup: Pyknometr se zapne, pustí plyn a nechá se asi hodinu ustálit. Po té se navází množství měřené směsi (množství se zvolí) a vloží se do měřicí nádoby pyknometru. Nastaví se parametry (počet měření, způsob plnění měřicí komůrky plynem, tlak, velikost nádoby, hmotnost směsi), zmáčkne se start a počká se než pyknometr doměří. Zaznamenáme naměřenou hodnotu a proces opakujeme s jinou směsí. Aby výsledky měření byly co nejpřesnější, měla by být hmotnost měřených směsí přibližně stejná.



Obr. 31 Plynový pyknometr ULTRAPYC 1200e

Nastavené parametry:

- Teplota $t = 23^{\circ}\text{C}$ (pokojová teplota)
- Měřicí nádobka: „Large“
- Tlak $p = 125\,000\text{ kPa} - 125\text{ kPa}$
- Plyn – dusík
- Počet měření: 5

9.3 Sledování změny viskozity

K stanovení se použije kapilární reometr (Obr. 32), který měří tlak spojený s nuceným průtokem roztavené suroviny přes kapiláru, při různých smykových rychlostech. Průměr kapiláry je 1 mm a délka 20 mm. Průměr válce 15 mm. Nastavená hodnota je – rychlost pístu v a naměřená tlak p . Z těchto naměřených hodnot vypočítáme rychlost smykové deformace, viskozitu směsi a následně relativní viskozitu. Aby, bylo možné spočítat relativní viskozitu, je nutné znát viskozitu pojiva. Pro výpočet rychlosti smykové deformace, musíme vypočítat objemový průtok:

$$Q = S \cdot v = \frac{\pi D^2}{4} \cdot v \quad (13)$$

kde D je průměr válce a v rychlost pístu.

Postup: Nасыпeme PIM směs do vyhřáté komůrky a utlačíme pístem. Zapneme reometr, píst protlačí roztavenou směs skrz kapiláru. Zaznamenáme naměřené hodnoty.



Obr. 32 Kapilární reometr

Měření viskozity pojiva na rotačním reometru

Viskozitu pojiva se změní na rotačním reometru Bohlin typ Gemini 150 (Obr. 33). Naměřené hodnoty se použijí pro výpočet relativní viskozity směsi.

Postup: Pojivo se vloží na spodní desku, která je vyhřívána a počká se, až se roztaví. Potom se přitlačí horní deska na měřený vzorek a zapnou se otáčky. Deska se otáčí nejdříve malými otáčkami, které se postupně zvyšují.



Obr. 33 Rotační viskozimetr Bohlin Gemini 150

10 VYHODNOCENÍ NAMĚŘENÝCH DAT

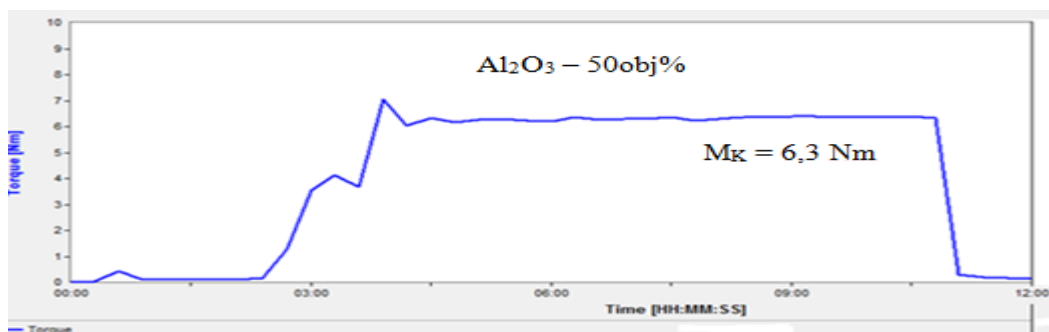
V experimentu byly použity dva druhy prášků. Z každého prášku bylo namícháno 10 směsí, z toho 9 směsí separátním způsobem a 1 směs kontinuálním způsobem. Každá z těchto směsí byla změřena třemi metodami.

10.1 Sledování změny krouticího momentu

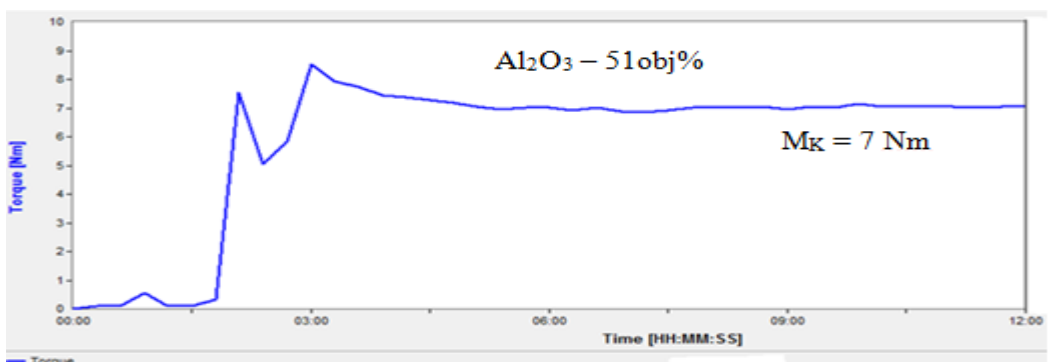
Měření proběhlo při samotném míchání a homogenizaci směsí na hnětiči a naměřené hodnoty byly znázorněny graficky.

10.1.1 Separátní plnění

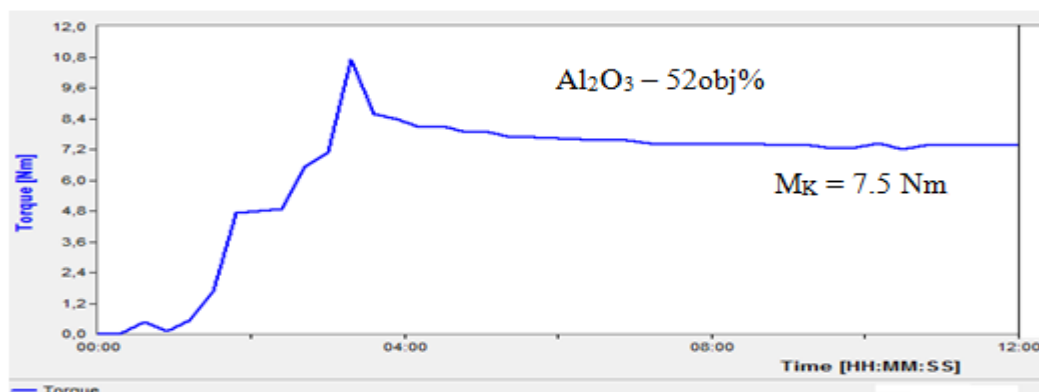
Na Obr. 43 a Obr. 53 jsou graficky znázorněny naměřené hodnoty krouticího momentu pro směsi s konstantním objemovým plněním tzv. „separátní plnění“ prášku Al_2O_3 a prášku 17-4 PH, to znamená, že každá směs byla zhomogenizovaná zvlášť. U všech směsí nejdříve při plnění krouticí moment prudce stoupá v důsledku tavení a promíchávání směsí, po té až je směs zhomogenizovaná, tak se moment ustálí. Na Obr. 34 až Obr. 42 jsou naměřené krouticí momenty u směsí Al_2O_3 .



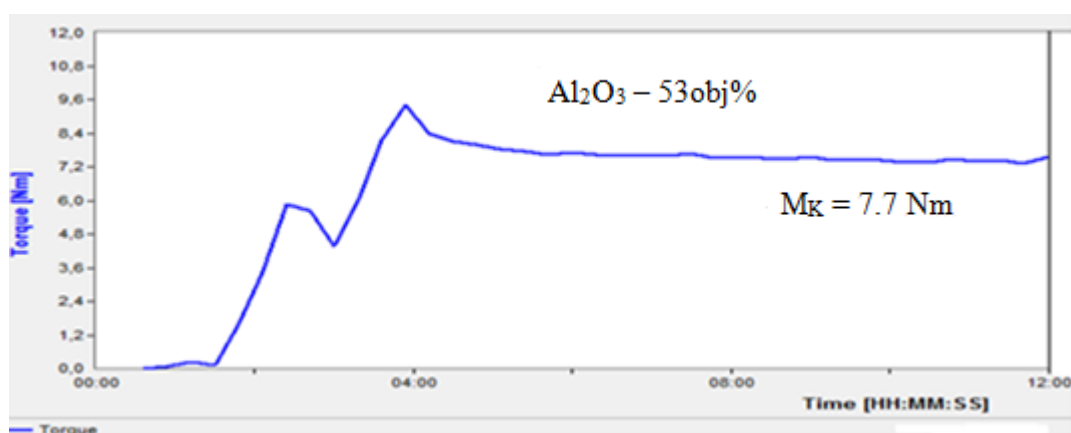
Obr. 34 Naměřený krouticí moment – 50 obj. % Al_2O_3



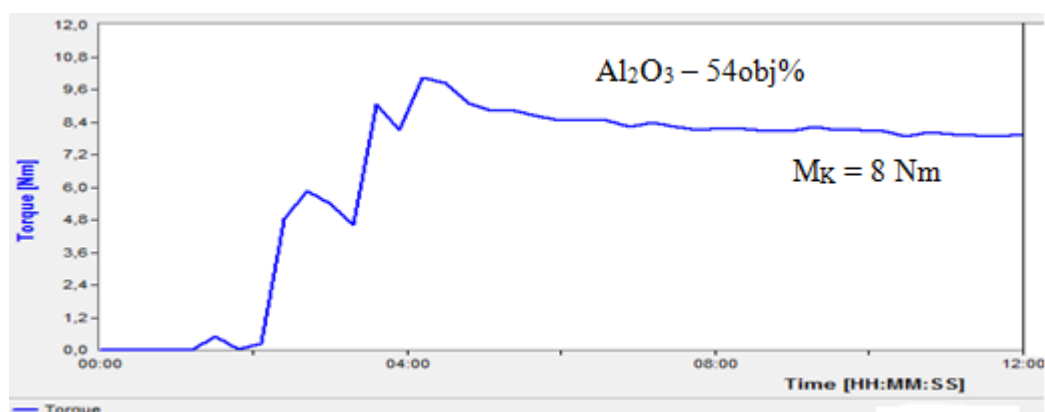
Obr. 35 Naměřený krouticí moment – 51 obj. % Al_2O_3



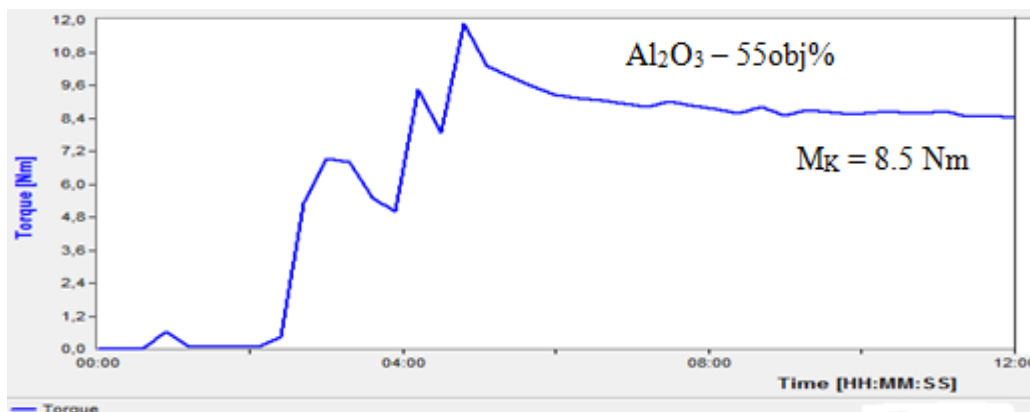
Obr. 36 Naměřený krouticí moment – 52 obj. % Al₂O₃



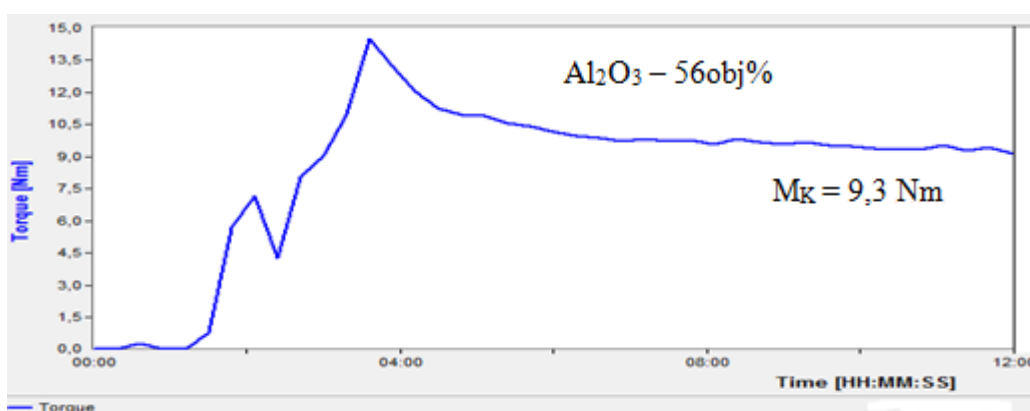
Obr. 37 Naměřený krouticí moment – 53 obj. % Al₂O₃



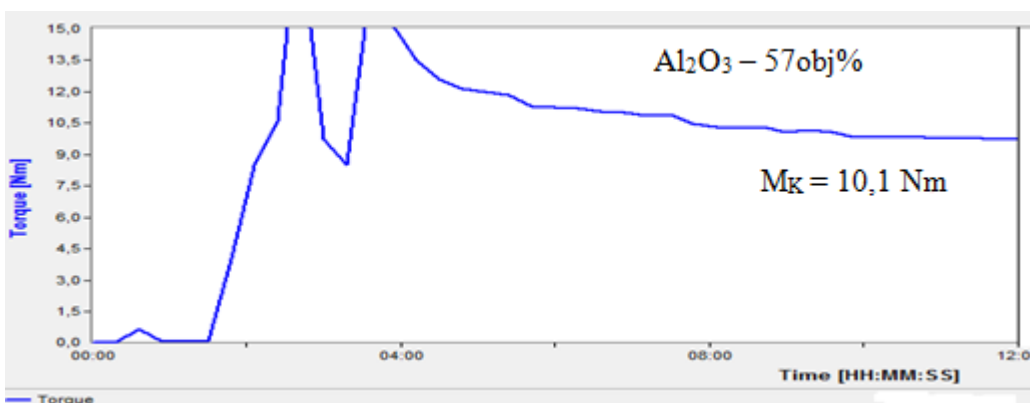
Obr. 38 Naměřený krouticí moment – 54 obj. % Al₂O₃



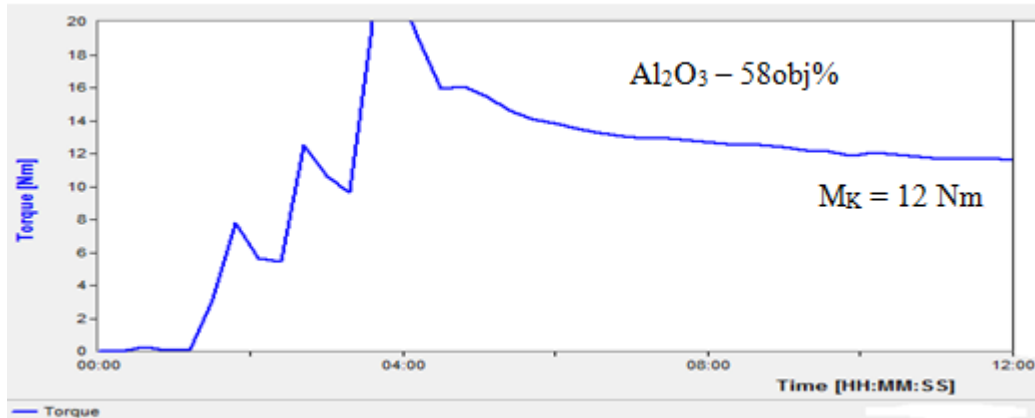
Obr. 39 Naměřený krouticí moment – 55 obj. % Al₂O₃



Obr. 40 Naměřený krouticí moment – 56 obj. % Al₂O₃

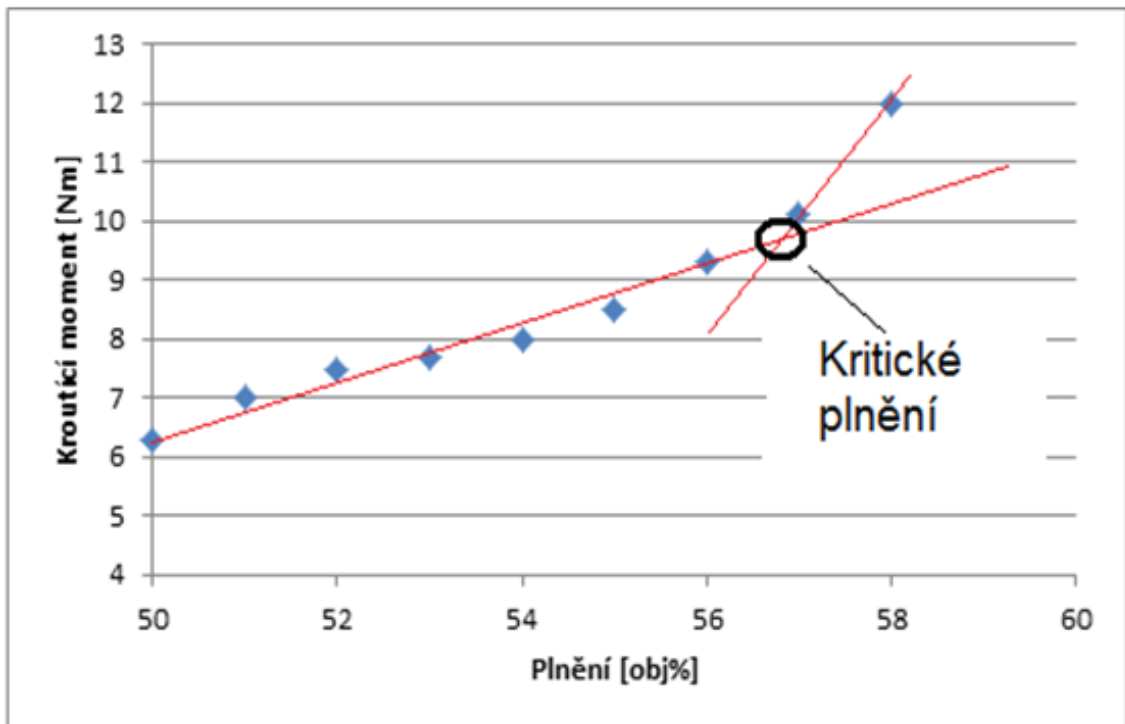


Obr. 41 Naměřený krouticí moment – 57 obj. % Al₂O₃



Obr. 42 Naměřený krouticí moment – 58 obj. % Al₂O₃

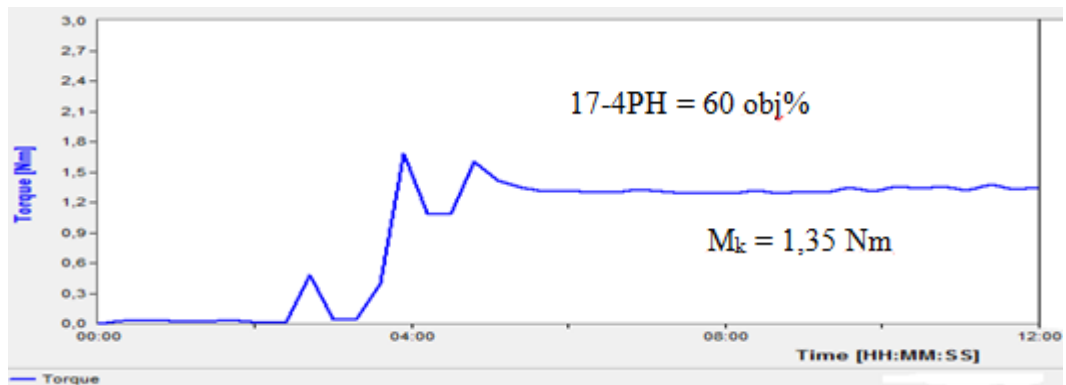
Na Obr. 43 jsou graficky znázorněny výsledky krouticího momentu a kritické plnění u prášku Al₂O₃. Tyto hodnoty (Obr. 34 až Obr. 42) jsme získali při měření, kdy se směsi míchaly při konstantním plnění.



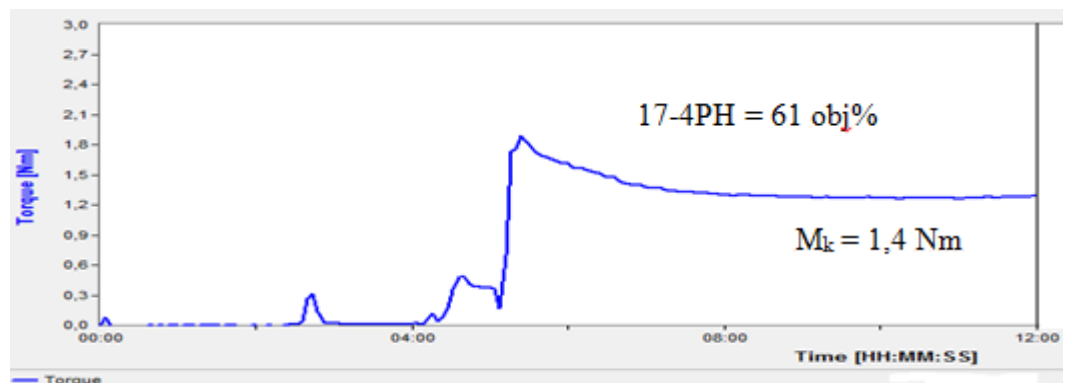
Obr. 43 Naměřené hodnoty krouticího momentu – separátní plnění Al₂O₃

Naměřené hodnoty krouticího momentu začínají prudce stoupat při 57 obj. % plnění, a proto bylo zvoleno toto plnění, jako kritické. Kritické plnění u směsi Al₂O₃ (separátní plnění) je 57 obj. %.

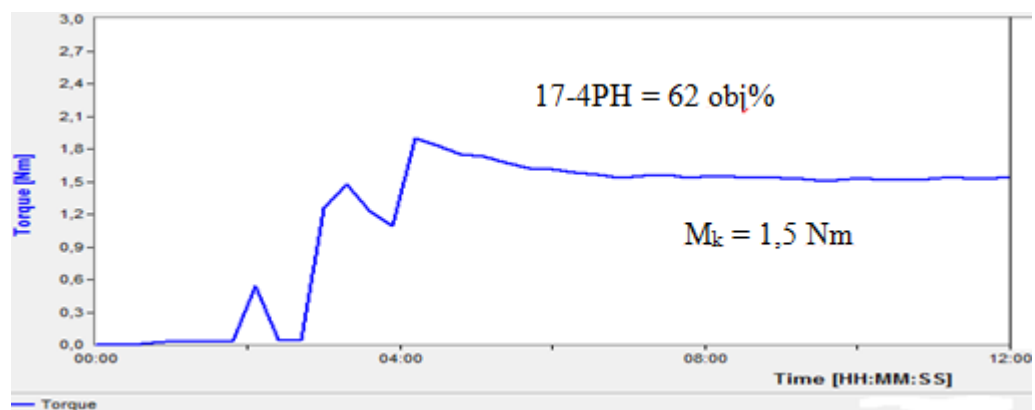
Na Obr. 44 až Obr. 52 jsou naměřené hodnoty kroučícího momentu u směsí 17-4 PH.



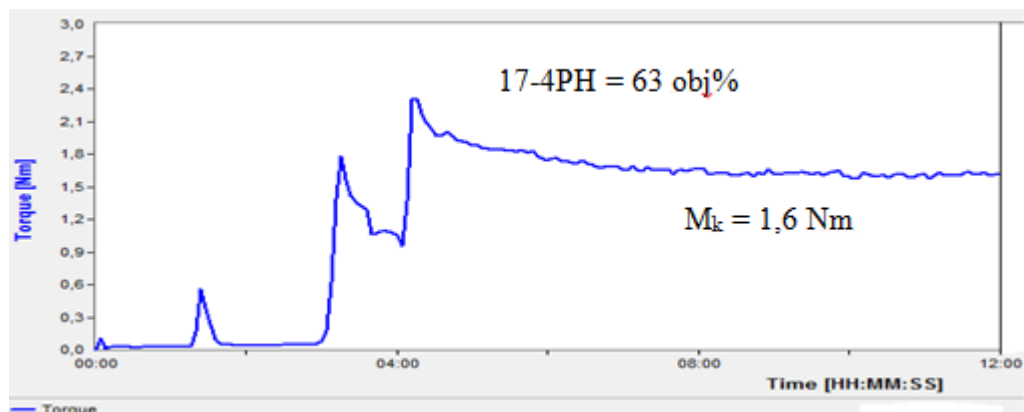
Obr. 44 Naměřený kroučící moment – 60 obj. % 17-4 PH



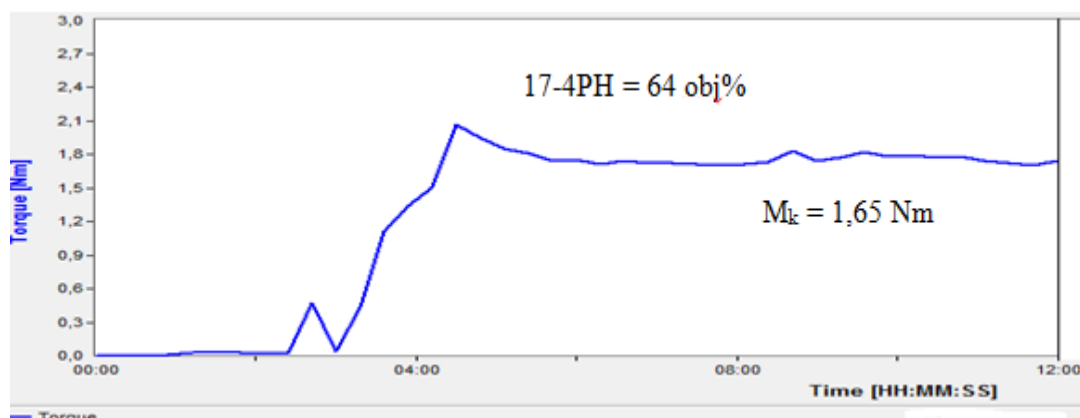
Obr. 45 Naměřený kroučící moment – 61 obj. % 17-4 PH



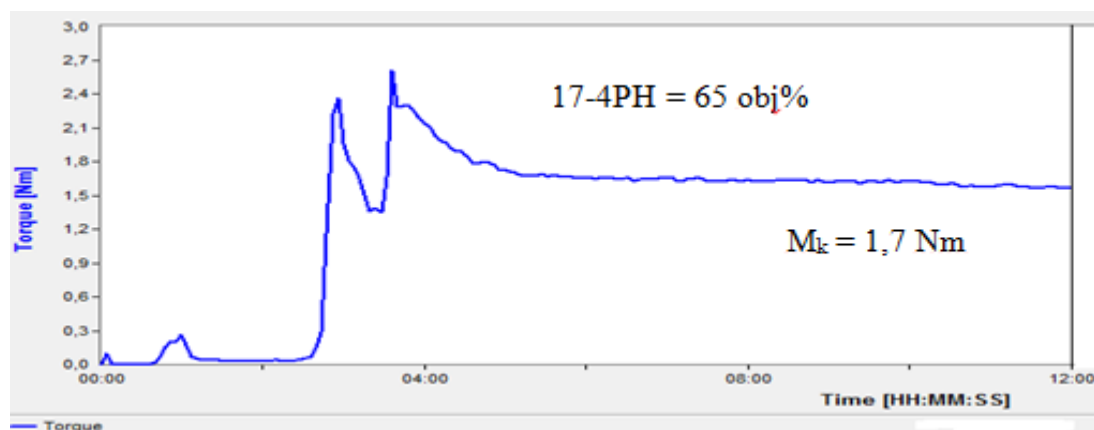
Obr. 46 Naměřený kroučící moment – 62 obj. % 17-4 PH



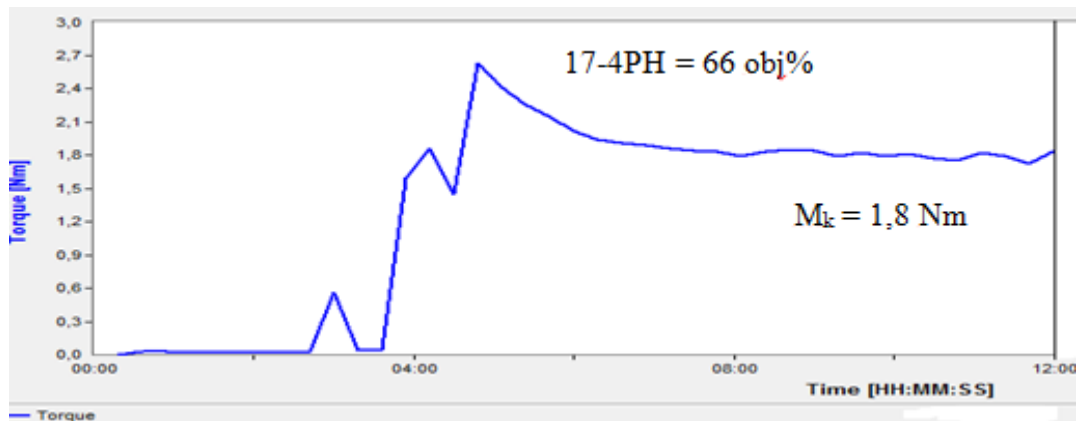
Obr. 47 Naměřený krouticí moment – 63 obj. % 17-4 PH



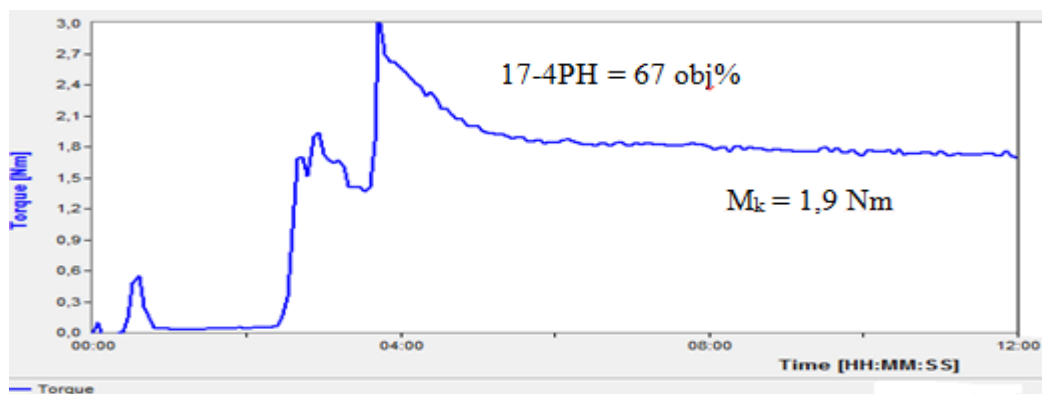
Obr. 48 Naměřený krouticí moment – 64 obj. % 17-4 PH



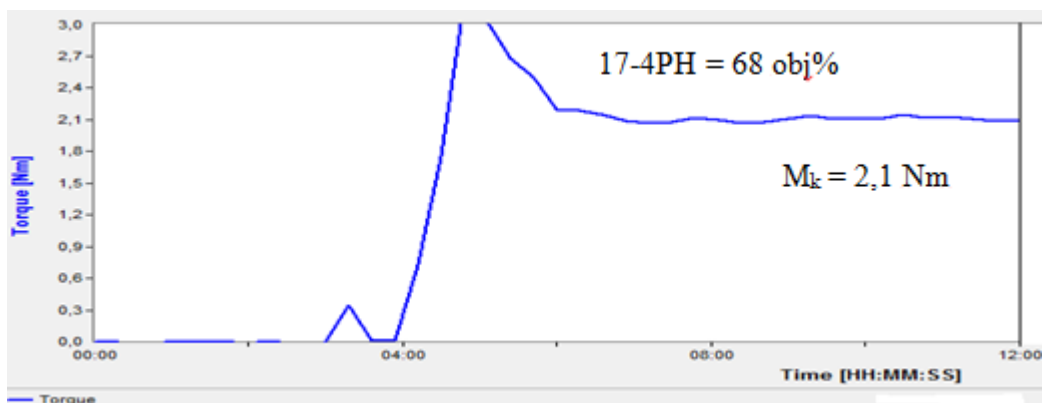
Obr. 49 Naměřený krouticí moment – 65 obj. % 17-4 PH



Obr. 50 Naměřený kroučící moment – 66 obj. % 17-4 PH

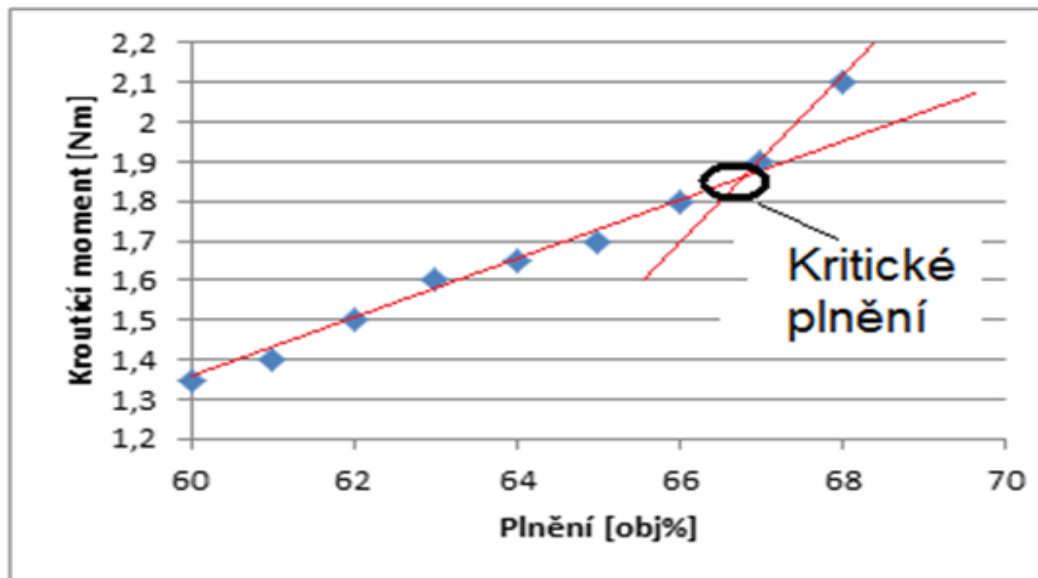


Obr. 51 Naměřený kroučící moment – 67 obj. % 17-4 PH



Obr. 52 Naměřený kroučící moment – 68 obj. % 17-4 PH

Na Obr. 53 jsou graficky znázorněny výsledky kroučícího momentu a kritické plnění u prášku 17-4 PH. Tyto hodnoty (Obr. 44 až Obr. 52) jsme získali při měření, kdy se směsi míchaly při konstantním plnění.

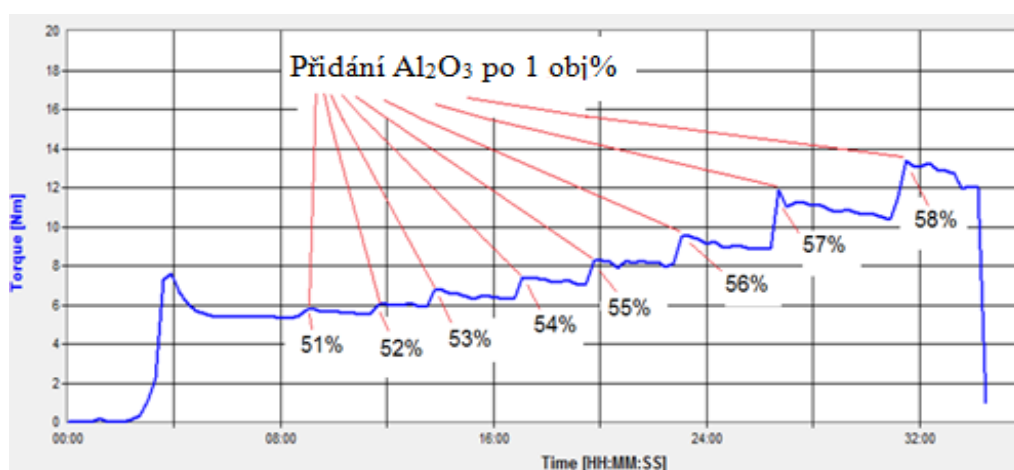


Obr. 53 Naměřené hodnoty kroučícího momentu – separátní plnění 17-4 PH

Naměřené hodnoty kroučícího momentu začínají prudce stoupat při 67 obj. % plnění, a proto bylo zvoleno toto plnění, jako kritické. Kritické plnění u směsi 17-4 PH (separátní plnění) je 67 obj. %.

10.1.2 Kontinuální plnění

V Tabulka 7 a Tabulka 8 jsou naměřené hodnoty kroučícího momentu, v případě, kdy se objemové množství měnilo přidáváním 1 obj. % prášku, jakmile se hodnota kroučícího momentu ustálila.

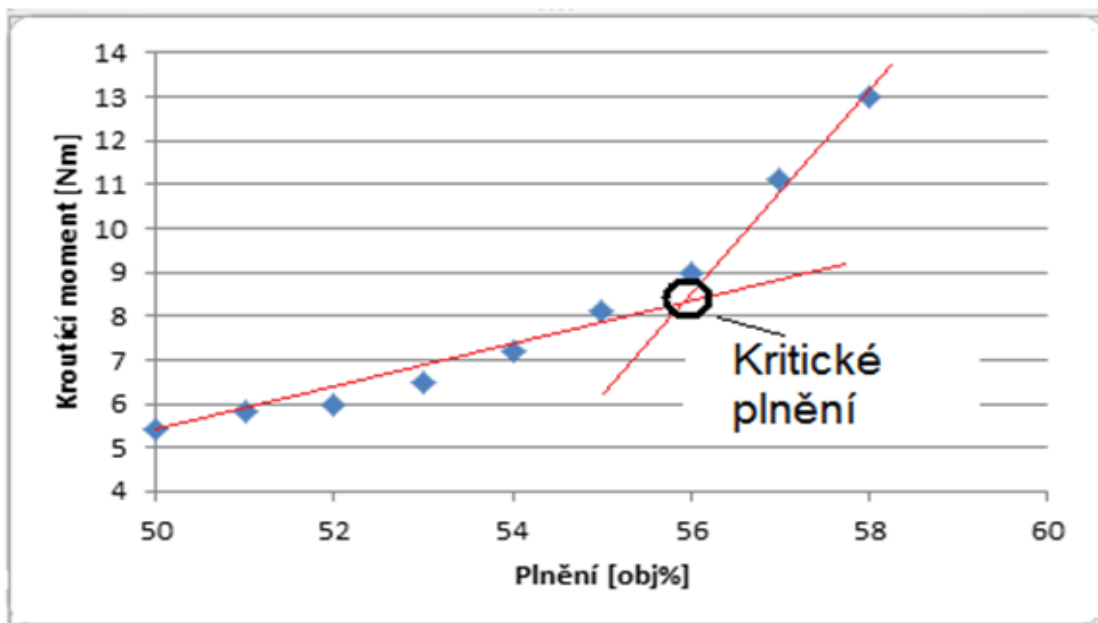


Obr. 54 Naměřený kroučící moment – kontinuální plnění Al_2O_3

Tabulka 7 Naměřené hodnoty kroučícího momentu – kontinuální plnění

Plnění [obj. %]	50	51	52	53	54	55	56	57	58
M_k [Nm]	5,4	5,8	6	6,5	7,2	8,1	9	11,1	13

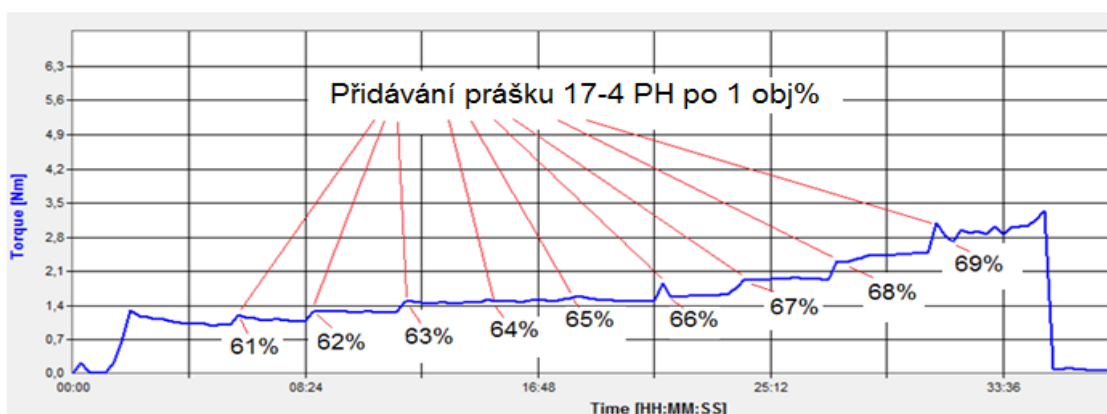
Na Obr. 55 jsou graficky znázorněné výsledky kroučícího momentu a kritické plnění u prášku Al_2O_3 – kontinuální plnění.



Obr. 55 Naměřené hodnoty kroučícího momentu – kontinuální plnění Al_2O_3

Naměřené hodnoty kroučícího momentu začínají prudce stoupat při 56 obj. % plnění, a proto bylo zvoleno toto plnění, jako kritické. Kritické plnění u směsi Al_2O_3 (kontinuální plnění) je 56 obj. %.

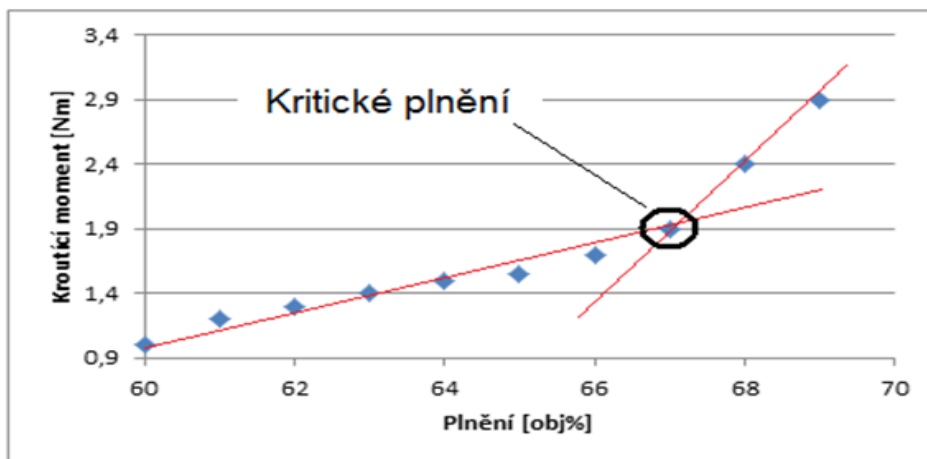
Na Obr. 56 je znázorněný průběh kroučícího momentu při kontinuálním plnění kovového prášku 17-4 PH a naměřené hodnoty kroučícího momentu jsou zobrazeny Tabulka 8.



Obr. 56 Naměřený kroučící moment – kontinuální plnění 17-4 PH

Tabulka 8 Naměřené hodnoty kroučícího momentu – kontinuální plnění

Plnění [obj. %]	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69
M_k [Nm]	1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,55	1,7	1,9	2,4	2,9



Obr. 57 Naměřené hodnoty kroucího momentu – kontinuální plnění 17-4 PH

Naměřené hodnoty kroucího momentu začínají prudce stoupat při 67 obj. % plnění, a proto bylo zvoleno toto plnění, jako kritické. Kritické plnění u směsi 17-4 PH (kontinuální plnění) je 67 obj. %.

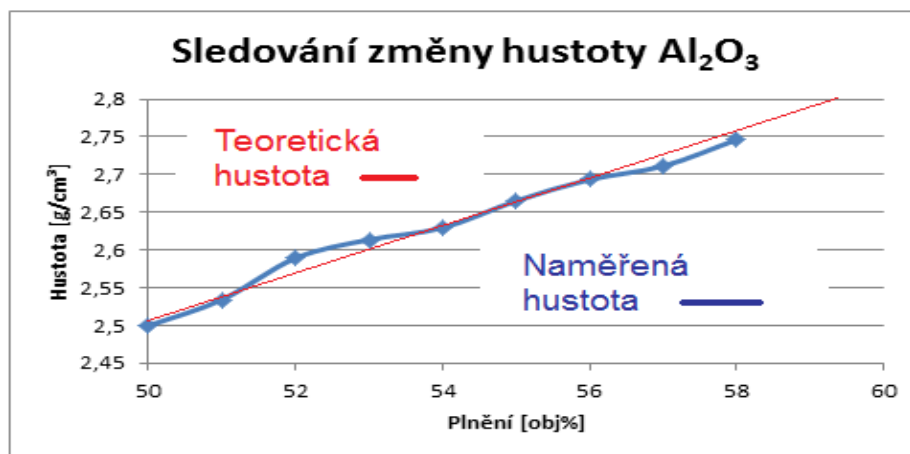
10.2 Sledování změny hustoty

Měření hustoty – Al_2O_3

V Tabulka 9 jsou zaznamenány hmotnosti měřených směsí a jejich naměřená hustota.

Tabulka 9 Naměřené hustoty směsí Al_2O_3

Plnění [obj%]	50	51	52	53	54	55	56	57	58
Hmotnost [g]	79,53	80,54	80,83	79,07	80,31	80,15	79,41	79,40	80,08
Hustota [g/cm^3]	2,499	2,534	2,589	2,614	2,6295	2,665	2,693	2,711	2,746



Obr. 58 Grafické znázornění naměřených hustot směsí Al_2O_3

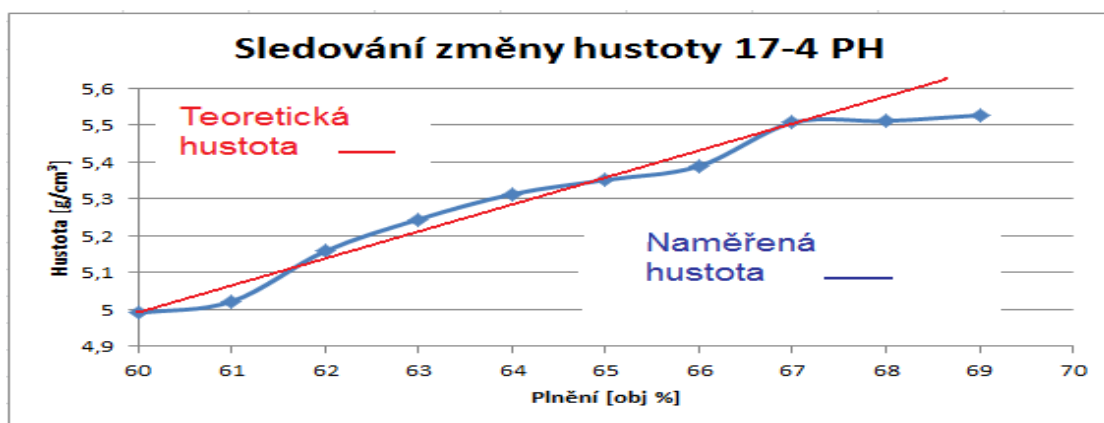
Naměřené hodnoty hustoty směsí se od teoretické hustoty téměř neliší, a to ani po opětovném přeměření. Nelze přesně určit, kritické plnění směsi.

Měření hustoty – 17-4 PH

V Tabulka 10 jsou zaznamenány hmotnosti měřených směsí a jejich naměřená hustota.

Tabulka 10 Naměřené hustoty směsí 17-4 PH

Plnění [obj%]	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69
Hmotnost [g]	99,5	100,1	99,4	100,1	100,7	99,5	99,3	100,9	99,1	99,4
Hustota [g/cm ³]	4,991	5,022	5,158	5,244	5,313	5,351	5,388	5,506	5,511	5,526



Obr. 59 Grafické znázornění naměřených hustot směsí 17-4 PH

Naměřené hodnoty hustoty se od teoretické hustoty začínají výrazně lišit při objemovém plnění 68 obj %, a proto lze usuzovat, že kritické plnění směsí práškem je 67 obj %.

10.3 Sledování změny viskozity

Měření viskozity pojiva na rotačním reometru

Tabulka 11 Naměřené hodnoty viskozity

Rychlost smykové deformace [1/s]	Viskozita [Pas]
10	3,777
20	3,579
30	3,428
50	3,341
80	3,305
130	3,279
220	3,159
360	3,029
600	2,851
1000	2,581

Měření viskozity směsi 17-4 PH na kapilárním reometru

Tabulka 12 Hodnoty 60 obj. % směsi 17-4 PH

TLAK	SMYKOVÉ NAPĚTÍ	Rychlost smykové deformace	VISKOZITA
[bar]	[Pa]	[1/s]	[Pa s]
47,96805	59960,06	1000,001	59,96
37,88398	47354,97	689	68,73
29,7844	37230,5	475	78,38
23,40019	29250,2395	327,001	89,45
18,4734	23091,75	225	102,63
14,53776	18172,2	155	117,24
11,29578	14119,72	107	131,96
8,890656	11113,32	74	150,18
6,920904	8651,13	51	169,63
5,32532	6656,65	35	190,19

Z vypočítané viskozity směsi vypočítáme relativní viskozitu, při stejné rychlosti smykové deformace směsi a pojiva. Vybral jsem hodnoty viskozity při rychlosti smykové deformace 1000 1/s. Výpočet:

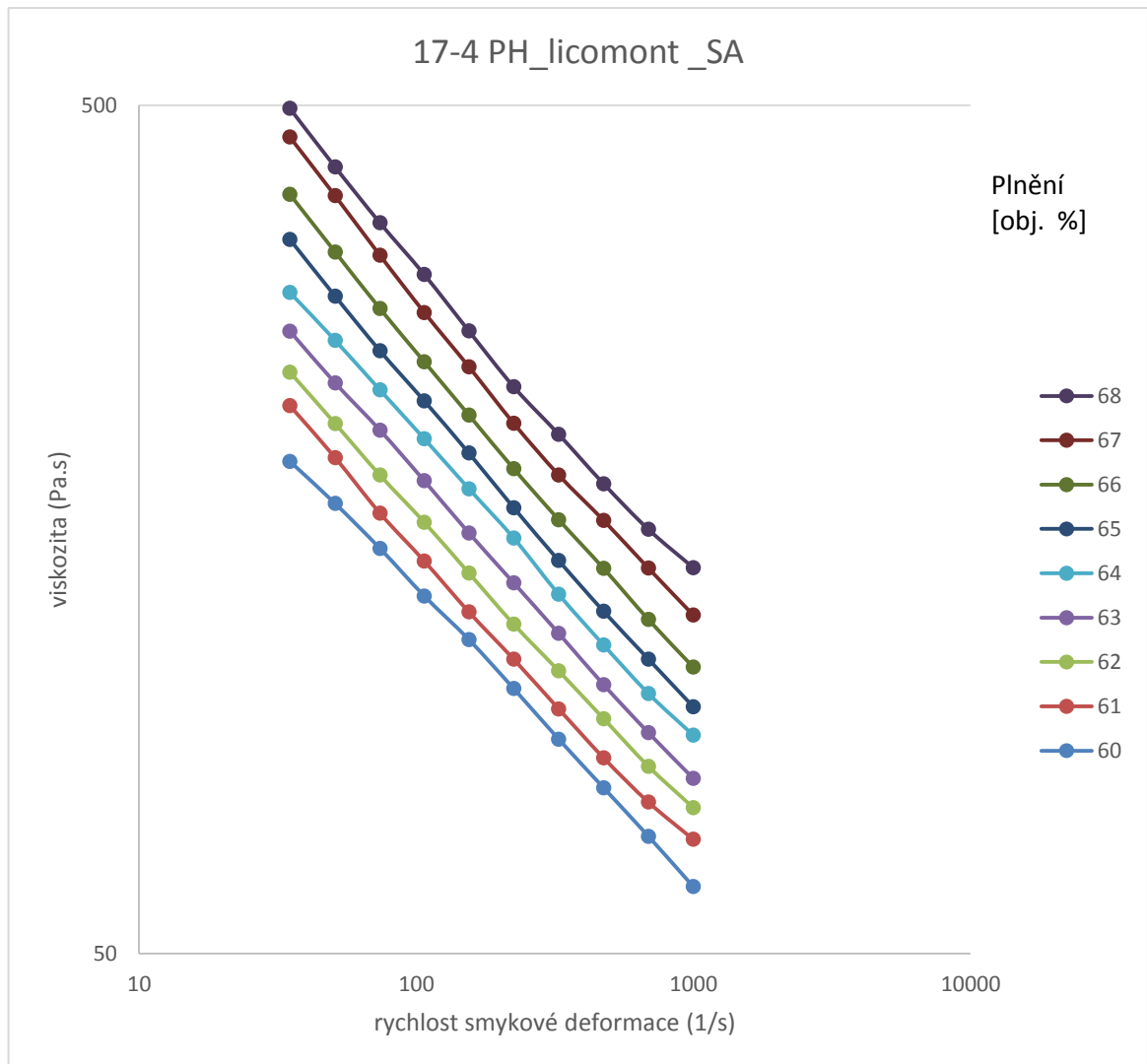
$$\eta_R = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{59,96}{2,581} = 23,23 \text{ Pas}$$

Relativní viskozita směsi 60 obj. %, při rychlosti smykové deformace 1000 1/s je 23,23 Pas. Provedu stejný výpočet u všech směsí.

Tabulka 13 Vypočítané hodnoty viskozit směsí 17-4 PH

Rychlost smykové deformace	Viskozita [Pas]								
	směs 60 obj %	směs 61 obj %	směs 62 obj %	směs 63 obj %	směs 64 obj %	směs 65 obj %	směs 66 obj %	směs 67 obj %	směs 68 obj %
[1/s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]
1000	59,96	68,15	74,28	80,43	90,43	97,69	108,8	125,31	142,52
689	68,73	75,4	83,1	91,05	101,27	111,18	123,78	142,3	158,12
475	78,38	85,01	94,57	103,7	115,51	126,56	142,19	162,56	178,94
327	89,45	97,11	107,67	119,23	132,54	145,27	162,31	183,26	204,67
225	102,63	111,13	122,23	136,74	154,42	167,66	186,41	210,84	232,84
155	117,24	126,36	140,44	156,58	176,56	194,51	215,67	245,88	270,94
107	131,96	145,08	161,17	180,4	202,21	224,09	249,2	284,91	315,8
74	150,18	165,23	183,21	207,02	230,88	256,79	287,97	332,74	363,42
51	169,63	192,15	210,74	235,3	264,18	297,8	335,78	391,13	422,88
35	190,19	221,24	242,35	270,88	300,83	347,47	392,71	458,75	495,91

Na Obr. 60 jsou graficky znázorněné hodnoty vypočítaných viskozit u směsí 17-4 PH.



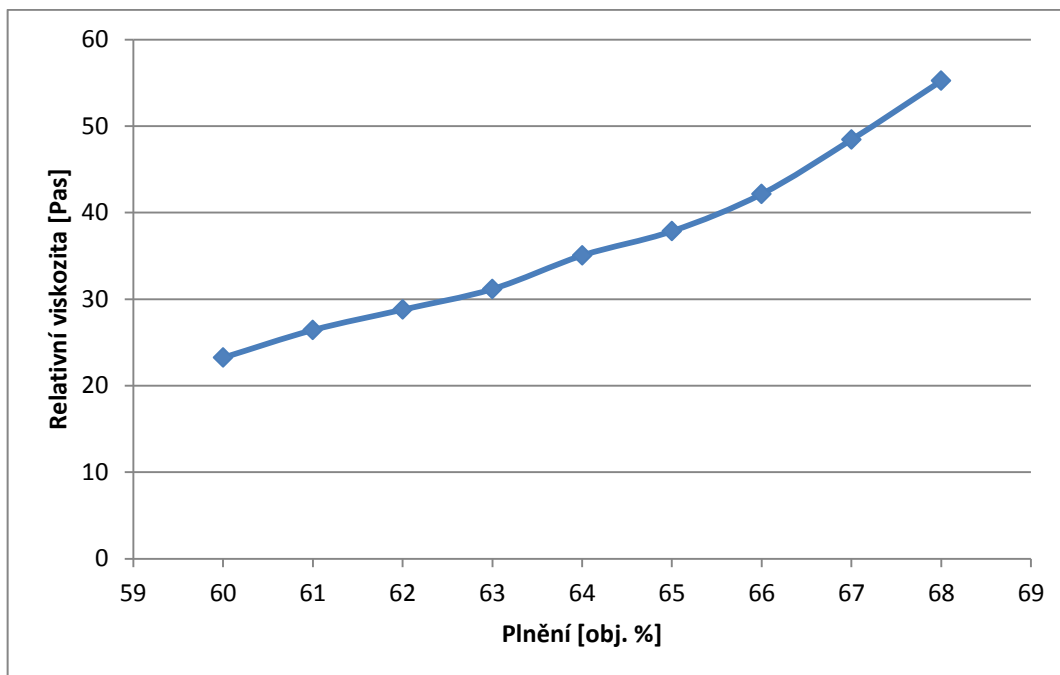
Obr. 60 Grafické znázornění vypočítaných hodnot viskozit směsí 17-4 PH

V Tabulka 14 jsou vypočítané hodnoty relativní viskozity při rychlosti smykové deformace 1000 1/s.

Tabulka 14 Vypočítané hodnoty relativní viskozity

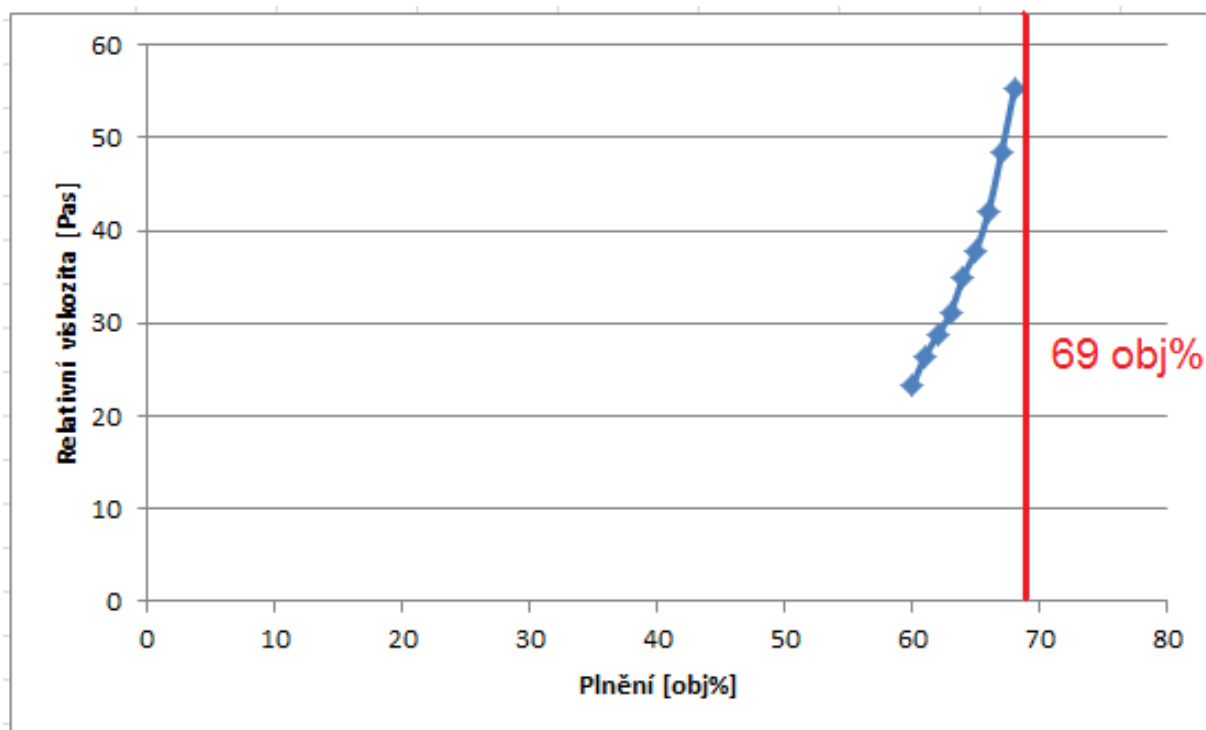
Plnění [obj. %]	60	61	62	63	64	65	66	67	68
Relativní η [Pas]	23,23	26,42	28,78	31,16	35,04	37,85	42,15	48,43	55,22

Na Obr. 61 jsou graficky znázorněné vypočítané hodnoty relativní viskozity.



Obr. 61 Grafické znázornění relativní viskozity směsí 17-4 PH

Z grafického znázornění vypočítaných hodnot relativní viskozity Obr. 61 nelze vyčíst, kde je kritické plnění. Proto jsem zvolil jiné měřítko grafu, kde je lépe vidět kritické plnění.



Obr. 62 Grafické znázornění relativní viskozity směsí 17-4 PH

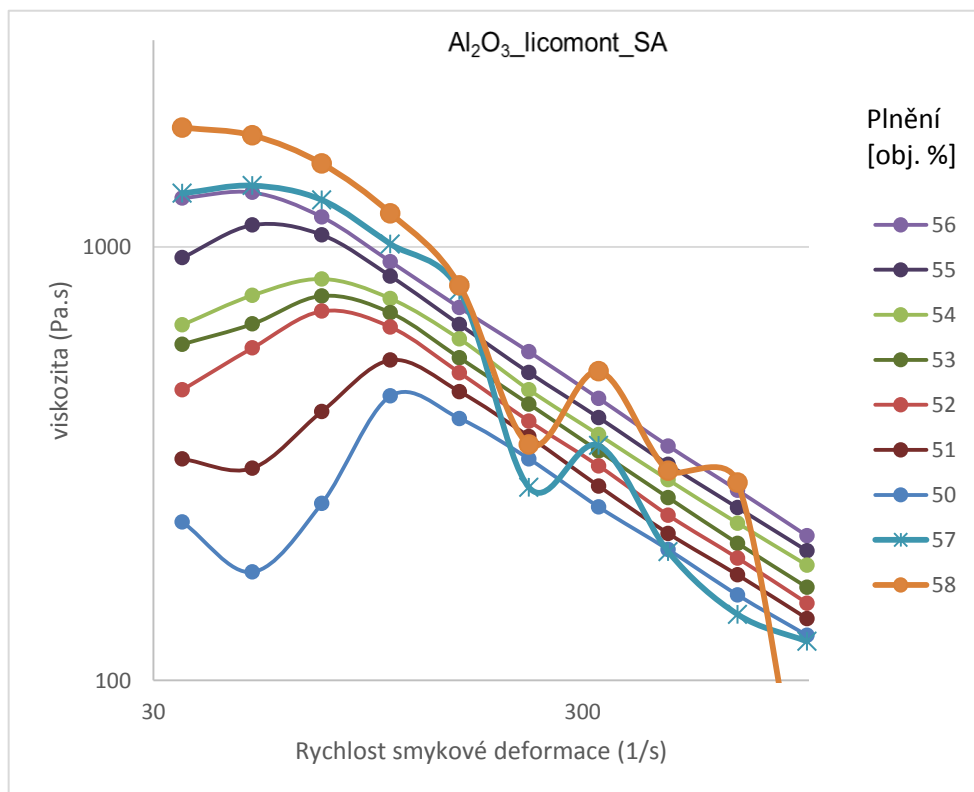
Z grafického znázornění relativní viskozity směsí se dá odhadnout, že kritické plnění směsi je 68 obj. %, ale není to z grafu zcela jasné.

Měření viskozity směsi Al₂O₃ na kapilárním reometru

Tabulka 15 Vypočítané hodnoty viskozit směsí Al₂O₃

Rychlost smykové deformace	Viskozita [Pa s]								
	směs 50 obj %	směs 51 obj %	směs 52 obj %	směs 53 obj %	směs 54 obj %	směs 55 obj %	směs 56 obj %	směs 57 obj %	směs 58 obj %
	[1/s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]	[Pa s]
1000	127,05	138,92	150,74	163,96	184,39	199,07	215,45	123,12	40,55
689	157,38	175,11	191,49	207,045	230,51	250,2	274,53	142,54	285,7
475	200,28	218,2	240,36	263,885	290,07	314,92	347,25	198,71	304,44
327	251,15	280,63	312,45	338,06	368,64	403,73	446,98	348,03	516,5
225	324,25	365,06	396,16	433,835	468,03	512,67	572,78	278,53	349,97
155	402,02	463,51	512,35	554,51	613,03	662,08	724,25	792,5	814,46
107	453,06	547,94	653,18	704,615	759,86	855,63	924,4	1015,23	1195
74	256,11	417,23	710,59	770,88	843,43	1065,95	1172,32	1283,28	1556
51	177,87	308,82	584,58	663,845	773,14	1122,55	1335	1384,81	1808
35	232,14	324,21	467,86	596,32	660,68	944,32	1296,42	1328,57	1885

Na Obr. 63 jsou graficky znázorněné vypočítané hodnoty viskozit směsí Al₂O₃.



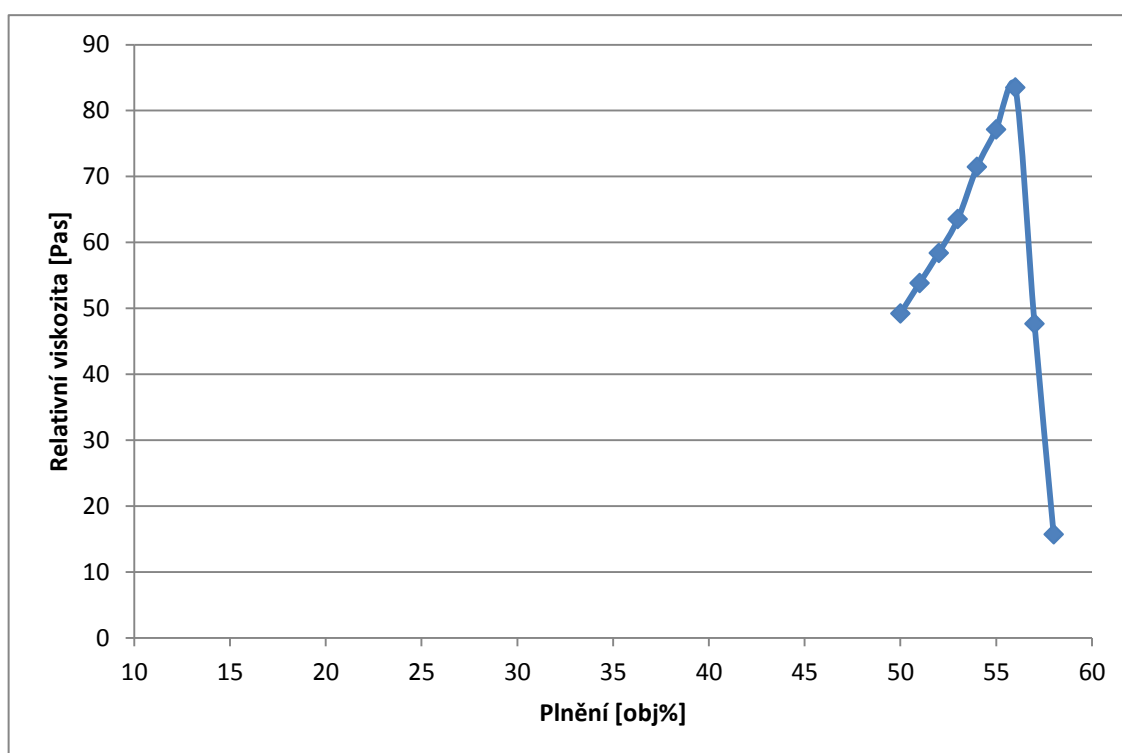
Obr. 63 Grafické znázornění vypočítaných hodnot viskozit směsí Al₂O₃

V Tabulka 16 jsou vypočítané hodnoty relativní viskozity při rychlosti smykové deformace 1000 1/s.

Tabulka 16 Vypočítané hodnoty relativní viskozity u směsí Al_2O_3

Plnění [obj. %]	50	51	52	53	54	55	56	57	58
Relativní η [Pas]	49,23	53,82	58,41	63,53	71,44	77,13	83,48	47,66	15,71

Na Obr. 64 jsou graficky znázorněné vypočítané hodnoty relativní viskozity směsí s různým obj. % Al_2O_3 .



Obr. 64 Grafické znázornění relativní viskozity směsí Al_2O_3

Při plnění 57 obj % viskozita prudce klesá, protože je ve směsi příliš mnoho prášku a ve směsi se tvoří shluky práškových částic. Při měření na kapilárním reometru dochází k překmitům a rázům, a proto nelze danou hodnotu spolehlivě naměřit. Z toho lze odvodit, že kritické plnění je 56 obj %.

ZÁVĚR

Práškové vstřikování je technologie, která umožňuje úspornou sériovou výrobu vysoce přesných dílů s výbornou kvalitou povrchu. Aby se předešlo vadám na výrobcích je nutné zvolit optimální plnění polymerní matrice práškem.

Cílem diplomové práce bylo připravit PIM směsi ze dvou druhů práškových materiálů (keramický Al_2O_3 a kovový 17-4 PH) a stanovit maximální kritické plnění práškového materiálu pro danou polymerní matici pomocí různých experimentálních metod. Jednotlivé PIM směsi byly připraveny mícháním na laboratorním hnětiči Brabender a to buď separátním, nebo kontinuálním způsobem. Keramický prášek má menší distribuci částic a tím větší povrch, proto je objemové plnění směsí u keramického prášku menší než u kovového prášku.

Stanovení maximálního kritického plnění proběhlo pomocí tří experimentálních metod. Sledováním změny krouticího momentu, hustoty a viskozity. U každé metody se podařilo stanovit kritické plnění. Pouze u měření hustoty směsí Al_2O_3 se nepodařilo jasně stanovit kritické plnění a to i při opakovaném přeměření. Mohlo by to být způsobeno nestejněměrně nadrcenými kousky směsí, nebo nedostatečně zhomogenizovanou směsí při míchání směsí.

Porovnájí - li se výsledky všech tří metod, tak nejpřesnější (nejpřehlednější) výsledky vyšly u metody sledování změny krouticího momentu a nejméně jasné byli u metody sledování změny viskozity, kde při grafickém znázornění nebylo kritické plnění rozpoznatelné. Proto bylo zvolené jiné měřítko grafu, při kterém bylo možné kritické plnění rozeznat. Ale i při tomto měřítku je hodnota kritického plnění ne zcela jasná.

Na základě naměřených výsledků kritického plnění u všech tří metod bylo zvoleno optimální plnění polymerní matrice práškem a to:

- prášek Al_2O_3 – 54 obj%
- prášek 17-4 PH – 65 obj%

Závěrem lze konstatovat, že porovnané výsledky měření u všech tří metod se lišily maximálně o 1 obj% a z toho lze usuzovat, že zvolené optimální plnění směsí práškem je správné.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Arburg [online].[cit.1.11.2015]. Dostupné z WWW: <[http:// www.arburg.com/cs/cz/spektrum-služeb/vstřikování/procesy/práškové_vstřikování](http://www.arburg.com/cs/cz/spektrum-služeb/vstřikování/procesy/práškové_vstřikování)
- [2] Veejay C Patell [online].[cit.1.3.2016]. Dostupné z WWW: <http://veejaycpatell.com/metalinjectionmolding.html>
- [3] GERMAN, R.M. *Powder Injection Moulding*. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1990. ISBN 0-918404-95-9
- [4] Fraunhofer [online].[cit.1.2.2016]. Dostupné z WWW: <http://ifam.fraunhofer.de/en/Bremen/Shaping_Functional_Materials/Powder_Technology/MIM
- [5] GERMAN, R.M., BOSE, A. *Injection Molding of Metal and Ceramics*. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1997. 413s. ISBN 1-878-954-61-X
- [6] JIRÁNEK, L. *Design vstřikovací formy pro studium fázové separace komponentů používaných pro injekční vstřikování práškových materiálů*. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2010. 69 s.
- [7] GONZÁLES-GUTIÉRREZ, J., STRINGARI, G.B., EMRI, I. *Powder Injection Molding of Metal and Ceramic Parts* [online]. [cit.2015-12-12]. Dostupné z WWW: <<http://cdn.intechopen.com>
- [8] ZEMAN, L. *Vstřikování plastů*. Praha: BEN - technická literatura, 2009. 247s. ISBN 978-80-7300-250-3
- [9] Metal powder industries federation [online]. [cit.2015-12-10]. Dostupné z WWW: <[http:// www.mpif.org](http://www.mpif.org)
- [10] Nabertherm [online]. [cit.2015-12-20]. Dostupné z WWW: <<http://www.nabertherm.cz/produkte/details/cz/thermprozesstechnik>
- [11] KRAUS, V. *Tepelné zpracování a slinování*. 2.vyd. Západočeská univerzita v Plzni, 2000. 374s. ISBN 80-7082-582-0
- [12] Powder Injection Molding – International [online].[cit.2015-12-1]. Dostupné z WWW: <[http:// www.pim-international.com](http://www.pim-international.com)
- [13] SKOTNICOVÁ, K., KURSA, M. *Prášková metalurgie VŠB - Technická univerzita Ostrava*, 2013. 153s. ISBN 978-80-248-3378-1
- [14] HEANEY, D.F. *Handbook of Metal Injection Molding*. Cambridge: Woodhead Publish, 2012. ISBN 978-0-85709-066-9

- [15] Introduction to Particle Size Analysis [online]. [cit.2016-3-27]. Dostupné z WWW: <<http://www.slideshare.net/HORIBA/essentials-of-particle-size-analysis>
- [16] Embe-product [online]. [cit.2015-12-27]. Dostupné z WWW: <<http://www.embe-product.com>
- [17] HEANEY, D.F. *Qualification method for powder injection molded components. P/M Science and technology briefs*. Díl 6, č.3, 2004, str. 21-27
- [18] Quantachrome.[online]. [cit.2015-12-29]. Dostupné z WWW: <http://www.quantachrome.com/density/auto_pycnometer
- [19] MUSIL, J. *Vývoj nového postupu pro stanovení tahové viskozity na základě kapilární reometrie* Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2008.160s.
- [20] Ústav chemických procesů [online]. [cit.2015-12-22]. Dostupné z WWW: <<http://www.icpf.cas.cz>
- [21] Měření tokových vlastností [online]. [cit.2016-3-22]. Dostupné z WWW: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/fyzika_pol/FP_05.pdf
- [22] HOLUBOVÁ, R. *Základy reologie a reometrie kapalin*. 1.vyd. Univerzita Palackého v Olomouci, 2014. ISBN 978-80-244-4178-8
- [23] SIGMA-ALDRICH [online]. [cit. 2016-1-2]. Dostupné z WWW: <<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product>
- [24] Martinswerk [online]. [cit. 2016-1-5]. Dostupné z WWW: <http://www.martinswerk.de/PDF/Martoxid_MR_70.pdf
- [25] SANDVIK [online].[cit.2016-1-10]. Dostupné z WWW: <<http://www.smt.sandvik.com/en/products/metal-injection-moulding-mim>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PIM Powder Injection Molding.

CIM Ceramic Injection Molding.

MIM Metal Injection Molding.

PE Polyetylen

PP Polypropylen

PS Polystyren

PA Polyamid

PMMA Polymetyl metakrylát

Mk Kroutící moment

SA Kyselina stearová

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1 PIM výrobky [2]</i>	11
<i>Obr. 2 Proces PIM [4]</i>	12
<i>Obr. 3 Dávkovací míchače – a) Z-lopátkové míchadlo, b) Planetární míchadlo [6]</i>	13
<i>Obr. 4 PIM granulát [7]</i>	13
<i>Obr. 5 Vstřikovací stroj pro technologii PIM [6]</i>	14
<i>Obr. 6 Průběh tepelného odstraňování pojiva [5]</i>	15
<i>Obr. 7 Proces odstraňování pojiva párou [7]</i>	16
<i>Obr. 8 Schéma stádií slinování dvou sférických částic [11]</i>	17
<i>Obr. 9 Vývoj mezi částicové vazby a změny ve struktuře v průběhu spékání [3]</i>	17
<i>Obr. 10 Kovový a keramický prášek [12]</i>	18
<i>Obr. 11 Definice ekvivalentního průměru koule D_v [13]</i>	19
<i>Obr. 12 Různé tvary zrn prášku dle vnějšího geometrického vzhledu [13]</i>	19
<i>Obr. 13 Vliv tvaru částic na hustotu směsi [14]</i>	20
<i>Obr. 14 Distribuce velikosti částic [15]</i>	20
<i>Obr. 15 Tři varianty plnění pojiva práškem[3]</i>	25
<i>Obr. 16 Sledování změny hustoty [3]</i>	26
<i>Obr. 17 Sledování změny viskozity [5]</i>	27
<i>Obr. 18 Sledování změny kroučícího momentu [5]</i>	27
<i>Obr. 19 Tři grafy znázorňující rozdíl v chování u hlavních kategorií kapalin [3]</i>	28
<i>Obr. 20. Zobrazení smykového napětí v kapalině [3]</i>	29
<i>Obr. 21 Kapilární reometr [19]</i>	30
<i>Obr. 22 Reometr typu válec – válec [21]</i>	31
<i>Obr. 23 Reometr typu kužel – deska [21]</i>	32
<i>Obr. 24 Reometr typu deska – deska [21]</i>	33
<i>Obr. 25 Likomont EK 583-G</i>	37
<i>Obr. 26 Kyselina stearová</i>	37
<i>Obr. 27. Prášek Al_2O_3 a) distribuční křivka velikosti částic b) SEM částice [26]</i>	38
<i>Obr. 28 Kovový prášek 17-4 PH a) distribuční křivka velikosti částic b) SEM tvaru částic</i>	39
<i>Obr. 29 Laserový analyzátor Mastersizer 3000</i>	39
<i>Obr. 30 Hnětič Brabender: A, B pohled zvenku, C komora, D hnětadla</i>	41
<i>Obr. 31 Plynový pyknometr ULTRAPYC 1200e</i>	44

<i>Obr. 32 Kapilární reometr.....</i>	45
<i>Obr. 33 Rotační viskozimetr Bohlin Gemini 150.....</i>	45
<i>Obr. 34 Naměřený krouticí moment – 50 obj. % Al_2O_3.....</i>	46
<i>Obr. 35 Naměřený krouticí moment – 51 obj. % Al_2O_3.....</i>	46
<i>Obr. 36 Naměřený krouticí moment – 52 obj. % Al_2O_3.....</i>	47
<i>Obr. 37 Naměřený krouticí moment – 53 obj. % Al_2O_3.....</i>	47
<i>Obr. 38 Naměřený krouticí moment – 54 obj. % Al_2O_3.....</i>	47
<i>Obr. 39 Naměřený krouticí moment – 55 obj. % Al_2O_3.....</i>	48
<i>Obr. 40 Naměřený krouticí moment – 56 obj. % Al_2O_3.....</i>	48
<i>Obr. 41 Naměřený krouticí moment – 57 obj. % Al_2O_3.....</i>	48
<i>Obr. 42 Naměřený krouticí moment – 58 obj. % Al_2O_3.....</i>	49
<i>Obr. 43 Naměřené hodnoty krouticího momentu – separátní plnění Al_2O_3.....</i>	49
<i>Obr. 44 Naměřený krouticí moment – 60 obj. % 17-4 PH.....</i>	50
<i>Obr. 45 Naměřený krouticí moment – 61 obj. % 17-4 PH.....</i>	50
<i>Obr. 46 Naměřený krouticí moment – 62 obj. % 17-4 PH.....</i>	50
<i>Obr. 47 Naměřený krouticí moment – 63 obj. % 17-4 PH.....</i>	51
<i>Obr. 48 Naměřený krouticí moment – 64 obj. % 17-4 PH.....</i>	51
<i>Obr. 49 Naměřený krouticí moment – 65 obj. % 17-4 PH.....</i>	51
<i>Obr. 50 Naměřený krouticí moment – 66 obj. % 17-4 PH.....</i>	52
<i>Obr. 51 Naměřený krouticí moment – 67 obj. % 17-4 PH.....</i>	52
<i>Obr. 52 Naměřený krouticí moment – 68 obj. % 17-4 PH.....</i>	52
<i>Obr. 53 Naměřené hodnoty krouticího momentu – separátní plnění 17-4 PH.....</i>	53
<i>Obr. 54 Naměřený krouticí moment – kontinuální plnění Al_2O_3.....</i>	53
<i>Obr. 55 Naměřené hodnoty krouticího momentu – kontinuální plnění Al_2O_3.....</i>	54
<i>Obr. 56 Naměřený krouticí moment – kontinuální plnění 17-4 PH.....</i>	54
<i>Obr. 57 Naměřené hodnoty krouticího momentu – kontinuální plnění 17-4 PH.....</i>	55
<i>Obr. 58 Grafické znázornění naměřených hustot směsí Al_2O_3.....</i>	55
<i>Obr. 59 Grafické znázornění naměřených hustot směsí 17-4 PH.....</i>	56
<i>Obr. 60 Grafické znázornění vypočítaných hodnot viskozit směsí 17-4 PH.....</i>	58
<i>Obr. 61 Grafické znázornění relativní viskozity směsí 17-4 PH.....</i>	59
<i>Obr. 62 Grafické znázornění relativní viskozity směsí 17-4 PH.....</i>	59
<i>Obr. 63 Grafické znázornění vypočítaných hodnot viskozit směsí Al_2O_3.....</i>	60
<i>Obr. 64 Grafické znázornění relativní viskozity směsí Al_2O_3.....</i>	61

SEZNAM TABULEK

<i>Tabulka 1 Typická distribuce velikosti částic pro MIM prášky (μm) [16]</i>	21
<i>Tabulka 2 Příklady PIM prášků [17]</i>	22
<i>Tabulka 3 Atributy ideálního pojiva [3]</i>	24
<i>Tabulka 4 Složení prášku 17-PH4 [26]</i>	38
<i>Tabulka 5 Hmotnost jednotlivých komponentů ve směsích Al_2O_3 – separátní plnění</i>	40
<i>Tabulka 6 Hmotnost jednotlivých komponentů ve směsích 17-4 PH – separátní plnění</i>	40
<i>Tabulka 7 Naměřené hodnoty krouticího momentu – kontinuální plnění</i>	53
<i>Tabulka 8 Naměřené hodnoty krouticího momentu – kontinuální plnění</i>	54
<i>Tabulka 9 Naměřené hustoty směsí Al_2O_3</i>	55
<i>Tabulka 10 Naměřené hustoty směsí 17-4 PH</i>	56
<i>Tabulka 11 Naměřené hodnoty viskozity</i>	56
<i>Tabulka 12 Hodnoty 60 obj% směsi 17-4 PH</i>	57
<i>Tabulka 13 Vypočítané hodnoty viskozit směsí 17-4 PH</i>	57
<i>Tabulka 14 Vypočítané hodnoty relativní viskozity</i>	58
<i>Tabulka 15 Vypočítané hodnoty viskozit směsí Al_2O_3</i>	60
<i>Tabulka 16 Vypočítané hodnoty relativní viskozity u směsí Al_2O_3</i>	61