



Neumann János Egyetem
Műszaki és Informatikai
Kar

A fémfröccsöntés granulátum újra felhasználásának következtében fellépő degradáció vizsgálata

Nagy Zsombor Lajos
MT8DXG

Ledniczky György, egyetemi tanársegéd

2023

Tartalomjegyzék

BEVEZETÉS	4
1. TEKINTSE ÁT A KUTATÁSI TERÜLET AKTUÁLIS HELYZETÉT A HAZAI ÉS NEMZETKÖZI TUDOMÁNYOS FOLYÓIRATOKBAN, MAJD KÉSZÍTSEN KUTATÁSI ÖSSZEFOGLALÓT!	5
1.1. MIM TECHNOLOGIA FOLYAMATA	5
1.1.1. Alapanyag bekeverése	6
1.1.2. Fröccsöntés	7
1.1.3. Kötőanyag eltávolítása	8
1.1.4. Szinterelés.....	10
1.2. FRÖCCSÖNTÉS PARAMÉTER HATÁSAI.....	12
1.3. POLIMER DEGRADÁCIÓ VIZSGÁLATÁNAK MÓDSZEREI	14
1.3.1. Folyásindex (MFI) mérés	15
1.3.2. Folyásindex (MFI) mérése	16
1.4. MECHANIKAI VIZSGÁLAT	17
1.4.1. Szakítóvizsgálat	17
2. KÍSÉRLETTERV ALAPJÁN HATÁROZZA MEG A MEGFELELŐ GYÁRTÁSI PARAMÉTEREKET ÉS GYÁRTSA LE A PRÓBATESTEKET!	18
2.1. GÉP, ANYAG PARAMÉTEREK MEGHATÁROZÁSA	20
2.2. GRANULÁTUM MENNYISÉG MEGHATÁROZÁSA	21
2.3. MINTÁK TÍPUSAI ÉS SZÁMA MEGHATÁROZÁSA	23
3. MÉRŐSZOBÁBAN VÉGEZZEN MECHANIKAI VIZSGÁLATOKAT, MAJD VONJA LE A KONZEKVENCIÁKAT A MÉRTE ADATOK ISMERETÉBEN.....	24
3.1. SZAKÍTÓVIZSGÁLAT	24
3.1.1. Zöld termék.....	24
3.1.2. Szinterelt termék.....	26
3.2. KEMÉNYSÉGMÉRÉS	27
3.2.1. Zöld termék.....	28
3.2.2. Szinterelt termék.....	29
3.3. MFI MÉRÉS.....	31
4. VIZSGÁLJA MEG A TÖRET FELÜLETÉT ÉS A ZSUGORODÁS MÉRTÉKÉT!.....	32
4.1.1. Szinterelés és kötőanyag eltávolítás.....	32
4.1.2. Zöld termék töret felület.....	34
4.1.3. Szinterelt termék töret felület.....	36
4.1.4. Méret változás gyártás közben.....	38
5. ELEMEZZE A KIALAKULT SZÖVETSZERKEZETET MARATÁS UTÁN!	41
6. TEGYEN JAVASLATOT GYAKORLATI ESETBEN TERMÉK ESETÉN A TERMÉK OPTIMALIZÁLÁSRA!	43
ÖSSZEFOGLALÁS	44
ÁBRAJEGYZÉK	46
TÁBLÁZATJEGYZÉK	48
IRODALOMJEGYZÉK	49
MELLÉKLET.....	51

Bevezetés

A tervezés és gyártás folyamatai a mai napig kimagasló lehetőségekkel bővülnek a fémfröccsöntés technológia térnyerése és fejlődése által. A fémfröccsöntés részben épül hagyományos polimer fröccsöntésére és a folytatásban a porkohászatra, valamint azoknak a kombinációja, tehát így nem igényel egy teljesen új mérnöki megközelítést. Ennek eredményeként új lehetőségek nyílnak meg, nettó alakú alkatrészeket hoz létre, ami kiküszöböli a másodlagos folyamatokat. Hulladék kezelése csökkenthető a folyamattal, mert közvetlenül a szerszámba történik a fröccsöntés. A magas hőmérsékletű ötvözetek a szerszám élettartamának negatív befolyásolása nélkül használhatók. Továbbá olyan geometriák hozhatók létre, amelyeket korábban más technológiákkal nehezen vagy költségesen lehetett előállítani. A fém fröccsöntés bonyolult, és több lépést igényel az alkatrészek létrehozására, kiválóan alkalmas kisebb bonyolult alkatrészekhez és nagy volumenű gyártáshoz. Az autóipar és az ipar területén kiemelkedő alkalmazási lehetőségek rejlenek ebben a fejlődésben.

A fémfröccsöntés gyártásához felhasznált anyagok palettája folyamatosan bővül, sok lehetőséget biztosítva különböző tulajdonságok elérésére a gyártás során. Jelen kutatás az újra felhasználhatóság vizsgálatára koncentrál a gyártás optimalizálásának érdekében és a mai elvárásoknak megfelelően a hulladék csökkentésére.

A próbatestek fröccsöntéséhez gyengén ötvözött acél fémport használunk és egy Battenfeld BA 600 CDC fröccsöntőgépet alkalmazunk a gyártási folyamat során.

A fémpor és műanyag homogén összekeverésével létrejön a granulátum az ún. "feedstock," amely a fémfröccsöntés (Metal Injection Molding MIM) alapanyaga. A fémfröccsöntés esetében szükség van további lépésekre a kész alkatrészek előállításához, beleértve a kötőanyag eltávolítását (debinding) és a szinterézését.

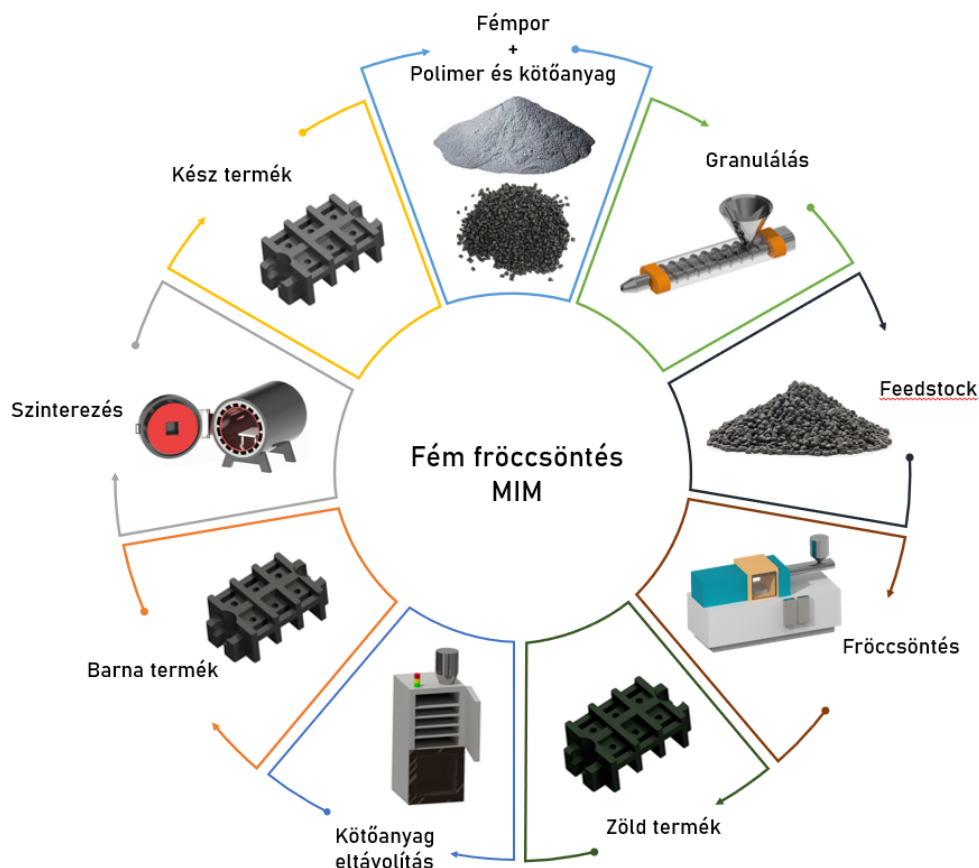
1. Tekintse át a kutatási terület aktuális helyzetét a hazai és nemzetközi tudományos folyóiratokban, majd készítsen kutatási összefoglalót!

1.1. MIM technológia folyamata

A gyártási folyamatot a felhasznált alapanyagtól, keverésétől és granulálásától a termék fröccsöntésén és kötőanyag eltávolításán a szinterezéséig kell vizsgálni, amíg a késztermék el nem éri a folyamatot. Minden folyamatban történhet elváltozás így ennek érdekében szükséges megvizsgálni a folyamat lépéseiben is az alapanyagot-terméket.

Négy részre bontható a technológia:

- Az alapanyag bekeverése, granulálása
- Fröccsöntés
- Kötőanyag mentesítés/eltávolítás
- Szinterelés



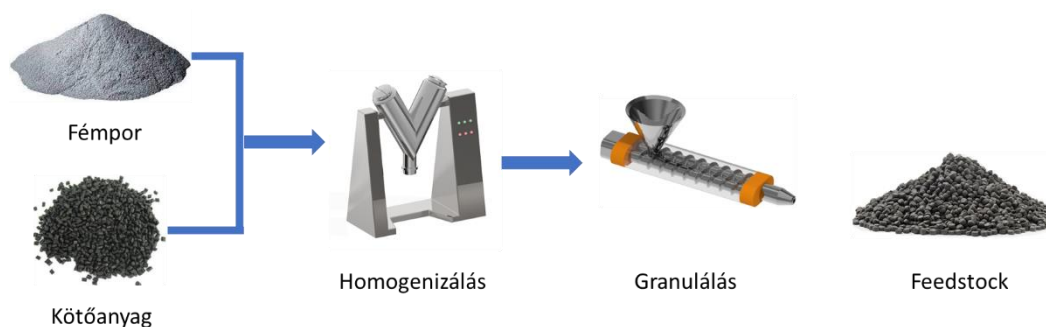
1. ábra: MIM eljárás folyamatábrája [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

1.1.1. Alapanyag bekeverése

A fém fröccsöntési folyamat elején a fémport és a hőre lágyuló kötőanyagot összekeverik, hogy a fröccsöntési folyamat során nyersanyagként felhasználhatók legyenek. A keverés célja, hogy a kötőanyag bevonja a fémrészecskék felületét, eltávolítsa a fémporban maradó agglomerátumokat, és homogén, egyenletes szubsztrátumot képezzen.

A keverési folyamat a magas olvadáspontú kötőanyag felmelegítésével kezdődik. Ezt követően az olvadásponttól függően fokozatosan adjuk hozzá a többi összetevőt. A többi alkotóelem hozzá adagolása, mely fokozatosan történik az olvadáspontjuk szerint. A fémpor hozzáadásának két módja van: a magas olvadáspontú kötőanyag olvadása során és az alacsony olvadáspontú összetevők előtt vagy a keverék utolsó elemeként. Végül a keverést vákuumban fejezzük be és gáztalanítjuk, ami levegőmentes betáplálást eredményez. Erre azért van szükség, mert az alapanyagban lévő levegő hibákat okozhat a fröccsöntési folyamat során. Figyelembe kell venni, hogy a keverési hőmérséklet ne legyen túl alacsony, mert a fröccsöntési folyamat során előfordulhatnak kötési hibák a szerszámban, de nem lehet túl magas, mert akkor a kötőanyag elveszti a tapadását a fémrészecskékhez, így a fémport elválasztják a kötőanyagtól, kiküszöbölve a nyersanyag homogenitását.

A keverési folyamat során a kisebb részecskék kitöltik a nagyobb részecskék közötti pórusokat, így a por szétválík. Minél nagyobb a szemcseméret-különbség a fémporok között, annál nagyobb a szétválás. A kisebb szemcseméretek és a szabálytalan alakú fémszemcsék kisebb szegregációt mutatnak a nagyon nagy szemcseközi súrlódás miatt. A fémpor szétválásának csökkentése érdekében célszerű nagy viszkozitású kötőanyagot használni. A kisebb és szabálytalan részecskék hosszabb keverési időt igényelnek, mert nagyobb valószínűséggel csomósodnak össze. A csomósodás elkerülése érdekében felületaktív anyagokat is kell használni a keverékben. [6]

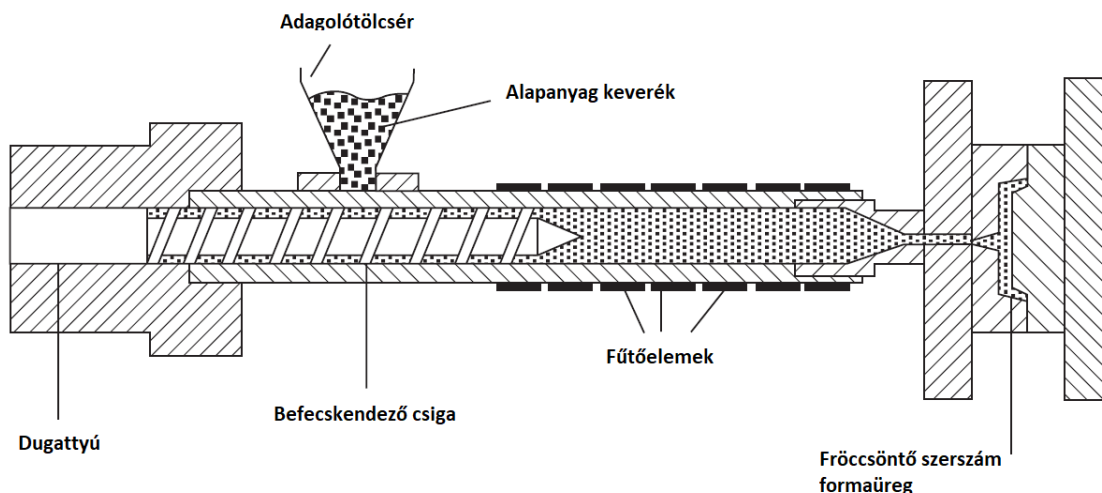


2. ábra: Alapanyag bekeverésének menete [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

1.1.2. Fröccsöntés

Az eljárás nagyon hasonlít a műanyag fröccsöntéshez. Lehetőség van bonyolult geometriák nagy sorozatban történő gyártására. A termék geometriáját a szerszám határozza meg, és több fészekben is lehet gyártani. A szerszámnak nagyon kopásállónak kell lennie, mivel az anyagnak jelentős koptató hatása van. A szerszám két fő részből, az üreg és a mag oldalából áll, továbbá hideg vagy melegcsatorna-gyűjtőcsatornát, gátot, kilökőket és hűtőcsatornákat tartalmaz. Alá metszésekkel vagy menetekkel ellátott termékek is gyárthatók. Az alapvető fröccsöntési folyamat a sebesség vezérelt fázissal kezdődik (sebességprofil), amikor a szerszám kitöltése eléri a ~95%-ot, a gép átvált nyomásvezérlésre. Erre azért van szükség, hogy elkerülhető legyen az üreg túltöltése. A 100%-os feltöltés után az utánnyomás során a kapuban lévő anyag teljesen megszilárdul. A fröccsöntött termék tulajdonságait befolyásoló fő paraméterek: a szerszám és az ömledék hőmérséklete, a fröccsöntési sebesség, a kapcsolási pont, a tartási nyomás/idő és a hűtési idő.

Fémfröccsöntés során egy úgynevezett "zöld termék" lesz, amely csak egy félkész termék, ami egy ebben a fázisban egy kötőanyagban dús és ridegen törő termék, amely a fém fröccsöntési folyamatának egy másik szakaszaiba nyeri el végső tulajdonságait, ahol kötőanyag eltávolítás és szinterelés folyamatán is átesett már. A 3. ábra egy alapvető fröccsöntőgép vázlatos felépítését mutatja.

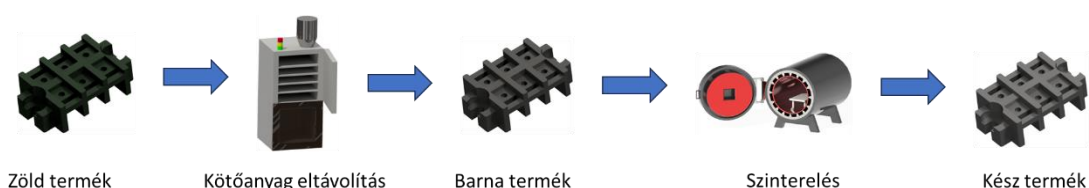


3. ábra: Alap fröccsöntő gép vázlata [1]

1.1.3. *Kötőanyag eltávolítása*

A kötőanyag eltávolításának a folyamata a fröccsöntött alkatrészből, mely során úgynevezett barna terméket kapunk, melyben a szükséges mennyiségű kötőanyag marad, hogy az alkatrész szilárdsága kezelhető legyen és egyben maradjon. Ez egy nagyon szigorúan ellenőrzött folyamat, mivel ez a legkritikusabb lépés a MIM-gyártásban. A folyamat során az alkatrésznek ellen kell állni a kötőanyag eltávolítás által okozott feszültségeknek, meg kell őriznie az alakját.

Két lépést igényel ez a szakasz: elsődleges oldószeres kötőanyag eltávolítás és a másodlagos termikus kötőanyag eltávolítást. A töltőanyag és a felületaktív anyagok eltávolítása az elsődleges kötőanyag eltávolítás feladata. Másodlagos kötőanyag eltávolítás ugyanabban a kemencében történik, mint a szinterelés. A kötőanyag-mentesítés során a kötőanyag részben az alapanyag egyedüli szerkezeti összetevője teljesen eloszlik. [2]

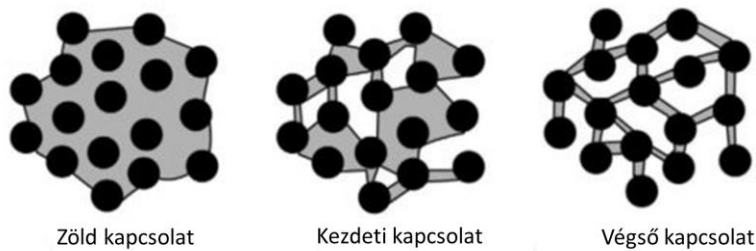


4. ábra A barna termék keletkezésének helye a MIM folyamat közben [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Elsődleges kötőanyag eltávolításnak fontos szerepe van, itt alakulnak ki az alkatrészben azok a csatornák, amelyeken keresztül a másodlagos kötőanyag eltávolítás során a kötőanyag el tud távozni, porózus szerkezete lesz az alkatrésznek. Ezért az elsődleges kötőanyagot más technológiával kell eltávolítani, mint a másodlagos kötőanyagot, mert különben nem lenne semmi, ami egyben tartaná a porszemcséket.[2]

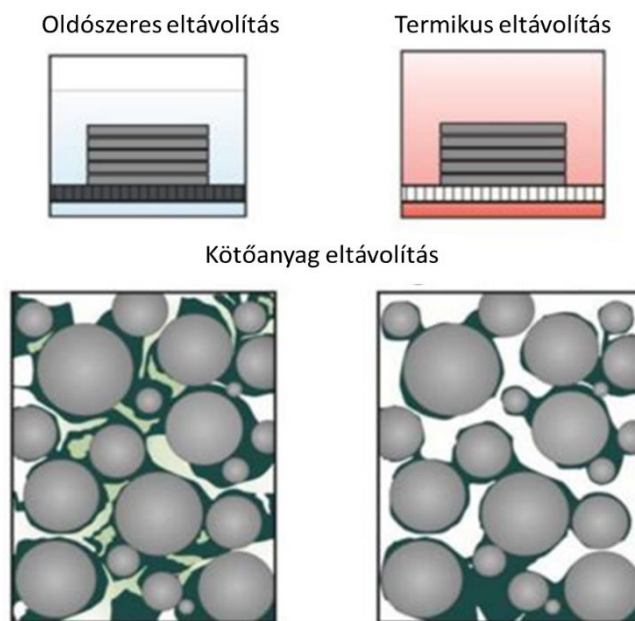
Kötőanyagok elsődleges típusai lehetnek:

- viaszalapú
- vízben oldódó alapúak
- szuperkritikus kötőanyag-mentesítés
- katalitikus kötésmentesítő rendszerek



5. ábra: Kötőanyag kapcsolódása [3]

A másodlagos kötőanyag eltávolításakor úgynevezett barna terméket helyezünk be egy lassan melegedő kemencébe. A fűtésbe szakaszokat építenek be, először az elsődleges kötőanyag elpárolgatási hőmérsékletére, aztán egy meghatározott idő után a hőmérséklet emelkedik az alkatrész falvastagságától függően. A másodlagos kötőanyag eltávolítás hőmérséklete elérése után a fűtés leáll, ekkor a porok közötti kötőerő a legalacsonyabb ponton van. Ezen a hőmérsékleten kezdődik a fémrészecskék közötti diffúziós kötés, ezt a folyamatot segíti elő az elsődleges kötőanyag eltávolítás, ahol létre jött porózus szerkezet, így a felszabaduló gőz nem tud csapdába esni az alkatrész belsejében.[2]



6. ábra Kétlépcsős kötőanyag eltávolítás [4]

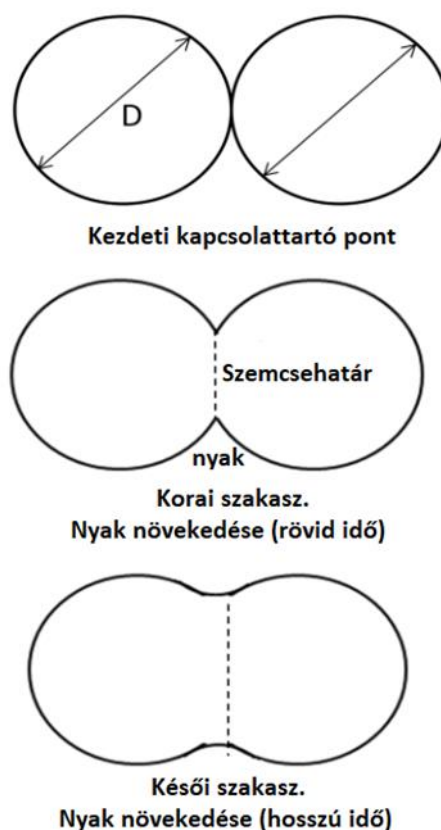
1.1.4. Szinterelés

A MIM-technológia negyedik fontos folyamata a szinterelés, amelynek során a "barna", már elsődleges kötőanyag eltávolított alkatrészeket egy úgynevezett szinterkemencében meghatározott atmoszférában nagyon magas hőmérsékletnek tesszük ki. Fontos megjegyezni, hogy bár ezt a folyamatot magas hőmérsékleten végzik, a hőmérséklet-tartomány a fém olvadáspontja alatt van. Az eljárás célja, hogy magas hőmérsékleten eltávolítsa a fémrészecskék közötti pórusokat, és a kötőanyagtól mentesített alkatrészeket teljesen szilárd-tömör alkatrésszé zsugorítsa, ezáltal kötést képezve a fémrészecskék között. Ezt a kötést úgy érik el, hogy a szinterezés során a fémrészecskék közelebb kerülnek egymáshoz, és a kötőanyag eltávolítása után keletkezett pórusokat feltöltik zsugorodás során, ami a pórusok teljes eltűnésével homogén szinterezett tiszta fém alkatrészt eredményez. A zsugorodás körülbelül 15-20%, ami azt jelzi, hogy a szinterezett végleges alkatrész mennyivel kisebb lesz a "zöld" termékhez képest. (Heaney & Spina, 2007) Kutatásában arra az eredményre jutottak, hogy végelemszimulációval hatékony módszernek bizonyult a MIM alkatrészek zsugorodásának előrejelzése. Főbb eredménye, hogy a teljes folyamatot lehet szimulálni. Ez azt jelenti, hogy a folyamat végére minden pórus eltűnik, és az alkatrész a megfelelő méretekkel, tulajdonságokkal rendelkezik. A szinterezés során a termék tulajdonságai kedvező irányban változnak, mint például a korrózióállóság, szilárdság, elektromos vezetőképesség, alakíthatóság, kopásállóság és megmunkálhatóság. [5] [14]

A szinterelésnek az évek során számos definíciója született, de talán a legpontosabb a German (1996) definíciója: „A szinterelés olyan hőkezelés, amely során a részecskék összefüggő, túlnyomórészt szilárd szerkezetbe kötődnek a gyakran atomállapotban bekövetkező tömegszállítási események révén. A kötés jobb szilárdságot és alacsonyabb rendszer energiát eredményez.” [5]

A szinterelési folyamat, más néven szinterezés, egy magas hőmérsékletű folyamat, amelynek során létrejönnek a fémes tulajdonságok és finomodnak a mechanikai tulajdonságok. A részecskék a folyamat során összekapcsolódnak, és ez idő alatt egyre közelebb kerülnek egymáshoz. Ezért jelentős zsugorodás várható. A szinterelési hőmérséklet soha nem haladja meg a fém olvadáspontját. A szinterelési hőmérséklet és az idő nagy hatással van a szemcseméretre és sűrűségre. A magas hőmérséklet növeli az atomok rezgését és csökkenti felületi energiájukat, ami lehetővé teszi, hogy az atomok elkezdjenek diffundálni két porszemce között. A felületi érintkezés után egy nyakszervény alakul ki, ahol rövid idő után komolyabb tömegáramlás/szállítás kezdődhet meg.[2]

Folyamat szemléletesére szolgál a 7. ábrán láthat szinterezési modell és a folyamat három lépésének leírása.



7. ábra: Kétegömbös szinterezési modell [7]

1. A részecskék között kialakul egy érintkezési felület, a kezdeti érintkezési pont.
2. A gömbök közötti érintkezéssel és az érintkezési felület növekedésével kialakul egy úgynevezett nyak rész. Növekedni kezd a nyak, kezdetlegesen a felületi transzportmechanizmus által, vagyis a részecskék felületi rétegéből származó atomok át mozgásával a kapcsolattartó pont, azaz az érintkezési felület felé. Ezek a transzportmechanizmusok a térfogat diffúzió, párolgás és kondenzáció, felületi diffúzió. Ebben a fázisban nem változik a részecskék közötti távolság, viszont a létrejött nyak növekedni kezd.
3. Nyak tovább növekedésével és a zsugorító hatású transzportmechanizmusok által a részecskék belsejéből a nyak felé mozognak át az atomok és ezzel növelik a kapcsolódást. Ebben a fázisban a nyak növekedésével egyenértékűen szűnnek meg a pórusok. Ömlesztett transzportmechanizmusok a viszkozus áramlás, plasztikus áramlás és a szemcsehatár diffúzió. [5]

1.2. Fröccsöntés paraméter hatásai

Fröccsöntésnek számos paramétere van, és mindegyik számottevő, a legkritikusabb paramétere a szerszám és az olvadék hőmérséklete, fröccsöntési sebesség, átkapcsolási pont és módszer, nyomáson tartási nyomás és a hozzá tartozó idő, valamint a hűtési idő. Fontos megjegyezni, hogy ezek a paraméterek összefüggenek egymással így a fröccsöntés megfelelő beállítása során a folyamatot nehezítik. [3]

A szerszám és az ömledék hőmérsékletét olyan hőmérsékletre kell beállítani, mely hibamentes alkatrészek gyártását segíti elő. Gyakori változtatás szükséges amennyiben például hólyagosodás, összezsapás nem megfelelő, rövid meglövések fordulnak elő. Maga a gerincpolimernek az olvadási hőmérséklete felett van 10-20 °C-kal, mely a keverékben a legmagasabb hőmérsékletű polimer. Amennyiben túl alacsonyra állítják be a hőmérsékletet abban az esetben rossz folyási jellemzők jelentkezhetnek. Ha a hőmérséklet túl nagy akkor az anyag zsugorodása nagyobb értéket vehet fel a szerszámban, ami repedéseket okozhat. Szerszámhőmérséklet befolyásolja, hogy az alkatrész formaürege mennyire tölthető jól ki. Amennyiben túl alacsony a hőmérséklete abban az esetben nem tud teljesen kitöltődni és folyási hibák jelentkezhetnek. [3]

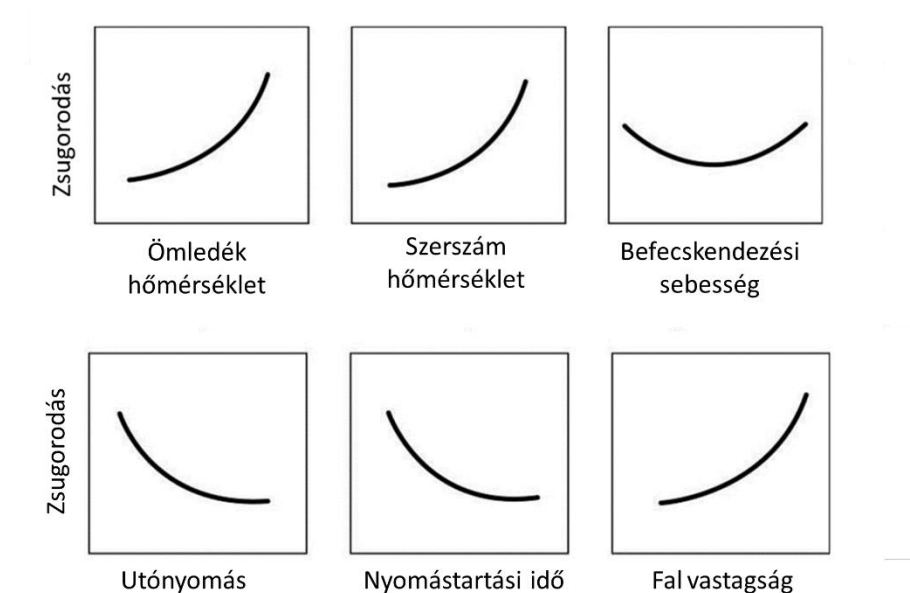
A MIM technológiában a fröccsöntés sebessége általánosságban nagyobb, mint a polimereké, mivel nagyobb a hővezető képessége, mint a tiszta polimereké. Túlságosan alacsony be fröccsöntési sebesség felületi hibákat okozhat, mint például folyási vonalak, rossz összezsapási vonalak és hiányos kitöltés. Túlságosan nagy be fröccsöntési sebesség esetén por-kötőanyag szétválasztódása miatt kapuhibákat, üregeket okozhat, mivel az üregben lévő levegő nem tud kellően gyorsan távozni a szerszámból. [3]

Ideális fröccsöntési folyamat az, amikor az alkatrész 98%-át sebességszabályozással töltik meg, és a fennmaradó 2%-ot csomagszabályozással. Négy fő átkapcsolási módszer: a pozíció, a hidraulikus nyomás, az idő és az üregnyomás. Üregnyomás a legmegismételhetőbb. A pozícióval történő átkapcsolás praktikus módszer az egyenletes termelés eléréséhez. Kerülni kell az idő- és hidraulikus nyomásátkapcsolási módszereket.

Az alkatrész teljes kitöltéséhez elengedhetetlen a nyomás és az idő biztosítása. Nyomáson való tartást általában úgy választják meg, hogy az anyag viselkedésétől és a szerszámkonfigurációtól függően azonos legyen átálláskor. A tartási idő meghatározásához kapufagyasztási vizsgálatot használnak. Az elégtelen tartási nyomás vagy idő jelei az üregek és a süllyedések. A túl magas tartási nyomás vagy tartási idő jelei: a vetemedés, a kapuhibák és villogás. [3]

Hűtési idő biztosítása számottevő annak érdekében, hogy az alkatrész megszilárduljon mielőtt nyit a szerszám. Amennyiben az alkatrész túl hosszú vagy rövid ideig hűl abban az esetben sérülhet az alkatrész kilökéskor. Rövid hűlési idő esetén a kilökő csap sérülést okozhat a fröccsöntött terméken. Túlságosan hosszú hűtési idő esetén repedés fordulhat elő kilökéskor. A szerszámzárás késleltetése is alkalmazható ennél a folyamatlépésnél, hogy a szerszám lehűljön a következő ciklusra. [3]

Olvadék, a szerszám hőmérsékletének és az alkatrész vastagságának növekedésével a zsugorodás mértéke is növekedik. Ismert, hogy a polimerek pozitív hőtágulási együtthatóval rendelkeznek, és olvadt állapotban erősen összenyomhatók. Ennek eredményeként az adott anyagtömeg által elfoglalt térfogat a hőmérséklet és a nyomás függvényében változik. [3]



8. ábra Zsugor változása különböző paraméterek hatására [3]

1.3. Polimer degradáció vizsgálatának módszerei

A degradáció a makromolekulák fragmentálódására vagy degradációjára utal, amely a molekulatömeg csökkenésével, a mechanikai tulajdonságok elvesztésével, az anyag töredezettségével és elszíneződésével járhat együtt. A műanyagok öregedése a lebomlás egy másik típusa, amely a feldolgozás során és a hosszú távú használat során is bekövetkezhet. Más szóval a lebomlás két alapvető típusát különböztethetjük meg: a feldolgozás során történő lebomlást és a hosszú távú használat során történő lebomlást. Előfordulásuk az anyag szerkezetétől és a környezeti körülményektől függ. A degradációnak több típusa ismert, az okoktól függően.[10] [11][21]

A termikus degradációt a magas hőmérséklet okozza. Ez főként a hőre lágyuló polimerek feldolgozása, például a fröccsöntés során következik be. Az oxigén, a vízgőz és a fémek jelenléte, valamint a fröccsöntőgépben uralkodó magas hőmérséklet olyan folyamatokat indít el, mint a depolimerizáció, eliminációs és a láncok lebomlása. Ilyen bomlás akkor is bekövetkezik, amikor a műanyagok a csúszó anyagok hiányában a forró szerszámfalakon ég oda. [10] [11][20]

Fotodegradáció fény inicializálja, műanyag felületén kezdődik. Nagyobb energiájú, rövidebb hullámhosszú látható fényt, esetleg az UV-fényt elnyelik a kettős kötések, továbbá a kötések felszakadnak, így szabad gyökök keletkeznek. Ezek jellemzően olyan oxidációs processzusokat indítanak, amelyek következtében megváltozik a polimer attribútuma. [10] [11]

A kémiai degradáció savak, bázisok, reaktív gázok, oldószerek következménye képpen történik, ezen kívül jellemzően magasabb hőmérsékleten. A részlegesen kristályos polimerek, mint a vizsgált anyagok is, oxidációs bomlása legfőképpen az amorf periódussal függ össze, mert a rendezetlen amorf szálak közé az oxigén könnyebben bejut, továbbá beindulhat az oxidációs bomlás. [10] [11]

Mechanokémiai degradáció abban az esetben történik, amikor nagy mértékű külső behatások kémiai kötések felszakadásához vezetnek. Ez előfordulhat a feldolgozás, esetleg a használat alkalmával, példának okáért amikor eltörik az anyag. A kémiai kötések felszakadása szabad gyököket eredményez, de ezek hatása nem láncreakció-szerű. A mechanokémiai degradáció jelentősége sokkal kisebb az előzőekénél. Jó mechanikai tervezéssel kiküszöbölhető. [10] [11]

Biológiai degradáció tulajdonképpen kémiai degradáció. Ebben az esetben a mikroorganizmusok által termelt enzimek okozzák a kémiai degradációt, ami a polimer

teljes lebomlásához vezethet. Nem az összes polimer típust érint a rövidtávú biológiai degradáció. [10] [11]

A degradációt kiváltó hatások gyakran nem önállóan lépnek fel, hanem több effektus együttesen. Példának okáért feldolgozáskor termikus, kémiai, valamint esetleg fotokémiai effektus egyszerre érvényesülhetnek. [10] [11]

Különböző mérésekből lehet következtetni a degradáció mértékére. Minél magasabb az anyag átlagos móltömege, annál nagyobb a viszkozitása és annál kisebb a folyóképessége vagyis az MFI indexe. [10] [11]

Polimer degradációs állapotának felmérése számottevő tényező, ha a műanyag újra hasznosításra kerül, hiszen jelentősen befolyásolja a felhasználhatóságot. [10] [11]

1.3.1. Folyásindex (MFI) mérés

Minden polimerhez tartozó MFI érték mutatja meg, hogy az adott anyag esetében nagyobb folyóképességű, ami a fröccsönthetőséget segíti elő vagy a nehezebben folyó, ami a fröccsönthető típusok közti átjárhatóság van. A magasabb hőmérsékleten sajtolható anyagokból kiváló fröccstermék gyártható.[8]

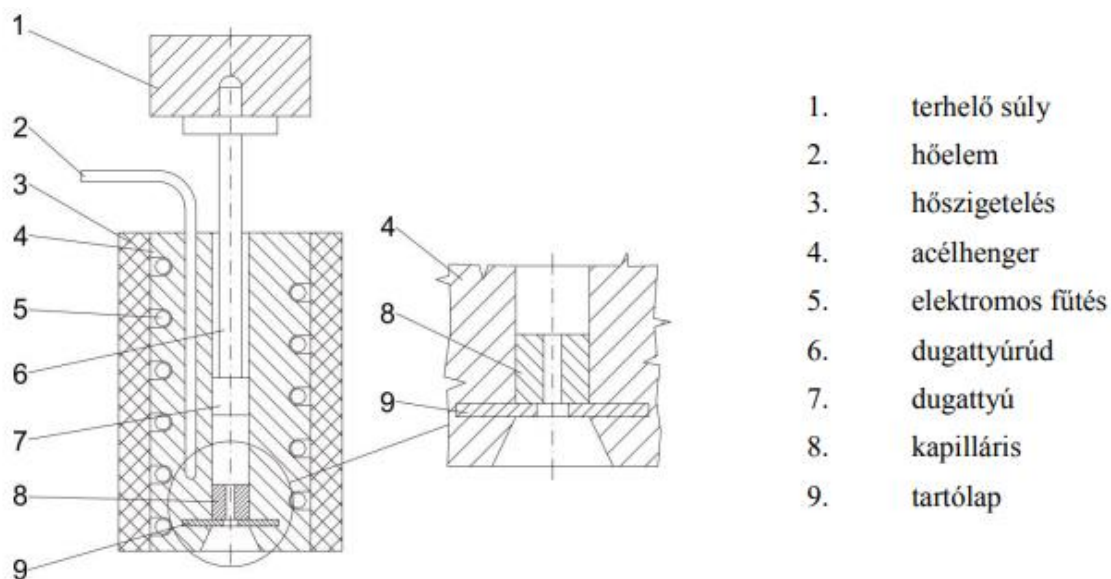
MFI közeli kapcsolatban van az alapanyag átlagos molekulatömegével. Hiszen minél magasabb az átlagos móltömeg, annál nagyobb a polimer viszkozitása, és így annál kisebb a folyóképessége, vagyis az MFI-je. MFI értéke sok egyéb tényezőtől függ, ilyenek például az esetleges csúsztatók, töltőanyagok, erősítő adalékoktól, alappolimer szénláncának elágazottsága, a móltömegeloszlás jellege, sőt egy adott színező és egyéb mesterkeverék is akaratlanul befolyásolja azt.[8]

1.3.2. Folyásindex (MFI) mérése

A mérést az ASTM D1238 és az ISO 1133 szabványok írják le, a két módszer közt kis mértékű eltérés van. A mérés egy 9,55 mm átmérőjű előmelegített hengerben adott mennyiségű granulátumot vagy darálékot téve történik, majd a megadott hőmérséklet elérése után adott tömegű súllyal terheljük meg az ömledéket a dugattyún keresztül, mely kipréseli a henger alján található meghatározott méretű fűvókán (mely méretei hossza: 8mm és a furat átmérője 2,0955 mm) keresztül.

A mérést jelentősen befolyásolja a használatból, illetve a tisztításból származó kopások. A méréseket változó hőmérsékleten végzik alapanyagoként mint például: PC (polikarbonát) esetében tipikusan 300 °C-on, ABS-nél három lehetséges megömlesztési hőmérsékletet is használnak. Alapanyagoként a terhelő tömeg is függ.

A 4. ábra az ISO 1133:2005(E) szabványban definiált, állandó nyírófeszültséggel dolgozó MFI mérőberendezés vázlatát mutatja. [8]



9. ábra MFI mérőberendezés elvi vázlata [9]

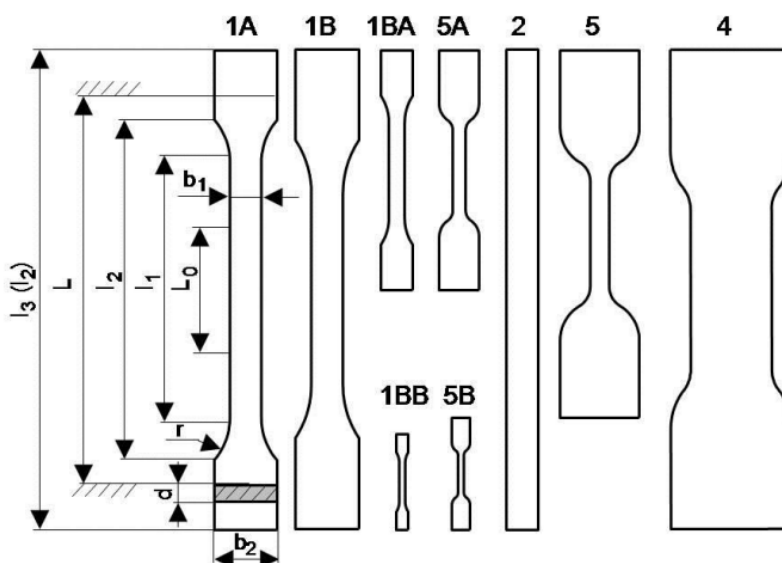
1.4. Mechanikai vizsgálat

1.4.1. Szakítóvizsgálat

A szakítóvizsgálat az egyik legrégebbi, legelőször szabványosított roncsolásos anyagvizsgálat. A szakítóvizsgálat elve, hogy egy S0 kiinduló keresztmetszetű és L0 kezdeti mérőhosszúságú próbatestet adott sebességgel egytengelyű húzó igénybevétel mellett addig terheljük, ameddig be nem következik a szakadás. A vizsgálat során mérjük a húzás hatására, a próbatest ellenállásaként ébredő erőt a próbatest nyúlásának függvényében. [12] [13]

Szakítóvizsgálatnál elsődleges cél, hogy a lehető legkisebb hibaszázalékkal reprodukálható legyenek az eredmények. A vizsgálatra polimerek esetén téglalap alakú próbatestet, fémeknél ezen kívül kör keresztmetszetű próbatestet is alkalmaznak. [12] [13]

Az anyag típusától függően változik a próbatestek kialakítása. Az MSZ EN ISO 527-es szabvány tartalmaz előírásokat és ajánlásokat, hogy milyen kialakítású próbatestet kell alkalmazni egyes anyag típusoknál és erre vonatkozó pontos méreteket is meghatároz. Az 9. ábrán látható kialakítás típusok, [12] [13]



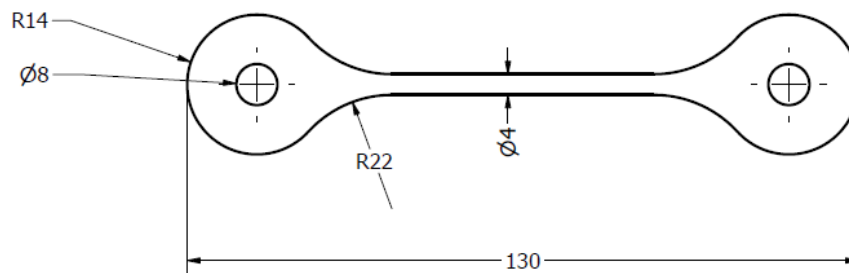
10. ábra Próbatest húzóvizsgálati típusok [12]

Szakítóvizsgálat során egészen a szakadásig mérjük és rögzítjük az erőt. A szakítógéppel elmozdulása alapján számoljuk a legkönnyebben a megnyúlását a próbatestnek. Pontosabb eredményt kaphatunk ha nyúlásmérő bélyeggel vagy optikai úton folyamatosan mérjük és rögzítjük a változást. [12] [13]

Eredményként megkapjuk végül az anyag erő-nyúlás görbéjét, ami az adott mérési környezetre vonatkozik. [12] [13]

2. Kísérletterv alapján határozza meg a megfelelő gyártási paramétereket és gyártsa le a próbatesteket!

A kísérlet megtervezése során elsődleges célom az volt, hogy az alapanyagot egymás után többször felhasználjam. Az általam előállított alkatrész egy szakító próbatest volt, amelyen a további szilárdságtani és reológiai tulajdonságokat ki tudtam mérni. A folyamatot generációzásnak neveztem el, ami azt jelenti, hogy az alapanyagot a fröccsöntő gépbe adagolva felhasználtam. Az így előállított próbatest az első generációs termék.



11. ábra Zöld próbatest méretei ábrázolása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A terméket ezután egy mechanikus darálóval apró darabokra (granulátum méretűre) aprítottam, majd ezt követően ismét a gépbe adagoltam. Az így fröccsöntött termék az úgynevezett második generációs termék. Fontos megjegyezni, hogy az alapanyag bármiféle adalék anyag hozzá adása nélkül történt betöltésre a gépbe. Minden egyes vissza töltés után a befecskendező csigánál maradt előző generáció alapanyaga miatt az első 8 db termék eldobásra került így megakadályozva, hogy keveredjenek a generációk alapanyaga és mérési hibát okozzanak.

Minta kivételezése a granulátum kivételével kezdődött, ami 300 g volt, ami elegendő biztonsági tartalékkal a későbbi mérésekhez. Ezen felül összesen 6db fröccsöntött próbatestet vettem ki, mely az adott generáció gyártásának a közepéről történt. Jelölése a granulátumnak a zacskózás után történt közvetlenül a zacskóra, a próbatest mintadaraboknak meg a felületébe lett karcolva római számmal, hogy hányadik generáció, mivel a próbatestek felületén nem lehet festék jelölést alkalmazni, ez a jelölés színterezés után is látható maradt így nem lehetett összekeverni a generációkat.

A gyártás folyamatát végig egy gépbeállítóval közösen csináltam, aki a gépkezelésének szakmai részével támogatta a kutatásomat. Személyesen a gép mellett teljes mértékben felügyelni tudtam a folyamatot, valamint a minták kivételezését. A gyártási folyamat során lehetőségem volt arra, hogy megtapasztaljam a munka folyamatokat, valamint a gép

beállítókkal és gyártásvezetővel személyesen is egyeztetni tudtam a technológiai folyamatokról.

2.1. Gép, anyag paraméterek meghatározása

Az anyagot és a gyártáshoz szükséges berendezéseket az AFT-Hungary Kft. biztosította.

Fröccsöntőgép, melyen a próbatestek gyártása történt az egy Battenfeld BA 600 CDC mely egy 600kN szorító erőjű, befecskendezési nyomása 2022 bar, 12-es ábrán látható.



12. ábra Battenfeld BA 600 CDC [23]

A felhasznált alapanyag egy gyengén ötvözött acél fémport tartalmazó, úgynevezett MIM-4605 ötvözet mely 92:8 arányban tartalmaz fémport-kötőanyagot. Főbb komponenseit az 1-es táblázatban láthatók. Mechanikai tulajdonságaira vonatkozó paraméterek a 2. táblázatban vannak összefoglalva.

Főbb fröccsbeállítási paramétereket a 1-es táblázatban láthatók

1. táblázat MIM4605 gyengén ötvözött acél főbb komponensei [24]

%	C	NI	MO	SI
Min.	0,4	1,5	0,2	-
Max.	0,6	2.5	0,5	1,0

2. táblázat MIM4605 gyengén ötvözött acél mechanikai tulajdonságai [24]

	Szakítószilárdság	Folyáshatár	Ütésállóság	Rugalmassági modulus
Mértékegység	<u>MPa</u>	<u>MPa</u>	J	<u>Gpa</u>
MIM-4605 (szinterelt)	440	205	70	200

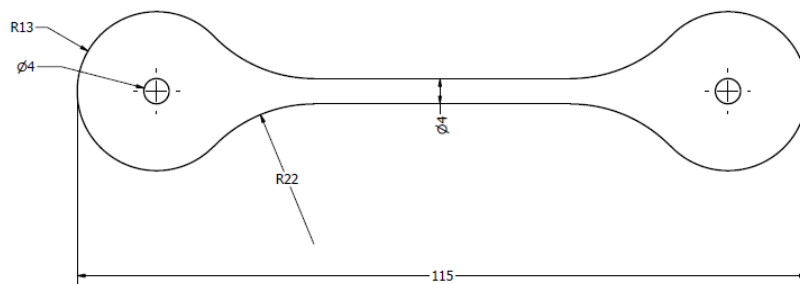
3. Táblázat Meghatározott feldolgozási paraméterek

[Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Paraméter	Érték
Befröccsöntési térfogat	8,194 cm ³ /s
Befröccsöntési nyomás	2000 bar
Utónyomási idő	3 s
Utónyomás	1034 bar
Hűlésidő	13 s
Szerszámhőmérséklet	48 °C
Ömledék-hőmérséklet	188 °C

2.2. Granulátum mennyiség meghatározása

A granulátum meghatározását megelőzte maga a próbatest kiválasztása, ami egy hengeres keresztmetszetű úgynevezett kutyaacsont próbatest, amely szinterezett állapotában lévő méreteit a 13-a ábrán láthatók.



13. ábra Szinterezett próbatest méretei ábrázolása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A próbatesthez hozzá tartozik egy kis méretű engusz rész is, továbbá minden generációból minta vételeztünk granulátumot is, ezek alapján lett betervezve a kiindulási granulátum mennyisége.



14. ábra Próbatest és a hozzá tartozó engusz [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A 4-es táblázatban összefoglalva láthatjuk a granulátum meghatározásához szükséges értékeket, melyben a rövidítések: FS a granulátumot jelenti az angol feedstock rövidítésnek megfelelően, GEN a generációt jelenti a generation angol megnevezés alapján.

**4. táblázat Granulátum meghatározásához tartozó táblázat
[Nagy Zsombor Lajos, szerző]**

Zöld termék	35 g
<u>Engusz</u>	5 g
3 termék kivétel per GEN	110 g
Porminta kivétel per GEN	300 g
3 termék + FS kivétel per GEN	410 g

2.3. Minták típusai és száma meghatározása

Az előre meghatározott terv szerint a gyártási folyamat során minden generáció esetén 300g granulátum került kivételezésre és 6 db próbatest, mely a darab szerint 3 db zöld termék és további 3 db zöld termék, mely a kötőanyag eltávolításra és szinterelési folyamat befejezésére lett kivételezve.



15. ábra Generációból kivett minták [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A 15.-es ábrán látható a minden egyes generációból kivett mennyiség. Ebből a granulátum MFI mérésre lett kivételezve. A mintavételezett granulátum mennyisége által minden generációból 3 mérést tudtam végezni. Lehetséges mérési hiba vagy kiugró érték esetén lehetséges volt több mérést is elvégezni a nagyobb mennyiségű kivett granulátum miatt.

Zöld termék esetén:

- Keménység mérés
- Szakítóvizsgálat
- Elektronmikroszkópos töret felület vizsgálás

Szinterezett terméket ugyanazon a mérési sorozaton terveztem be mint a zöld terméket.

- Keménység mérés
- Szakítóvizsgálat
- Elektronmikroszkópos töret felület vizsgálás
- Szövetszerkezet vizsgálás

3. Mérőszobában végezzen mechanikai vizsgálatokat, majd vonja le a konzekvenciákat a mért adatok ismeretében.

3.1. Szakítóvizsgálat

3.1.1. Zöld termék

A mérést egy Instron 3366 típusú szakító berendezés segítségével végeztem el, mely elektromechanikus rendszerrel működik, 10kN erőmérő cellával és érintésmentes nyúlásméréssel dolgozik.

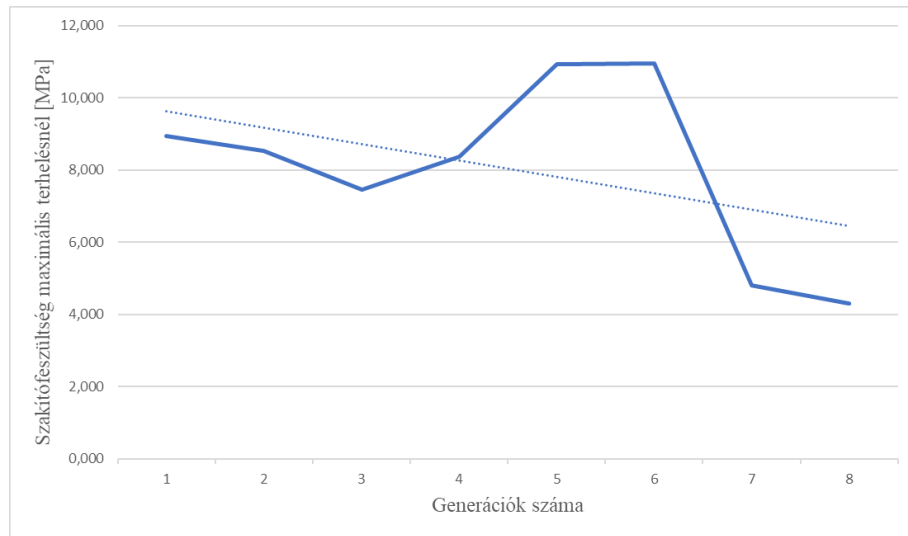
A mérés során a próbatest egy rideg szakadással tört ketté, mivel érzékeny mindenféle erőbehataásra így a befogáskor nagyon óvatosan kellett a mérőgépbe helyezni mert könnyen eltörik, a mérés sorozat során egyedül a 2 generációban tört el egy darab a befogás során.

A zöld termék vizsgálatának a valóéletben mérésének nincs értelme. A vizsgálat elvégzésének célja az volt, hogy a még zöld termék esetén, ahol még nincs ki szinterelve tapasztalunk olyan eltérést, amivel összefüggést tudunk hozni a szinterelt termékkel, hogy még zöld termékként meg tudjuk-e állapítani, hogy van-e bármi eltérés akár szakítóvizsgálat vagy akár keménység méréssel, esetleges elektronmikroszkóppal. Vizsgálatok alapján egyértelműen tudná mutatni, hogy szinterelt termékként nem fog megfelelni a rá vonatkozó előírásoknak, tűréseknek.

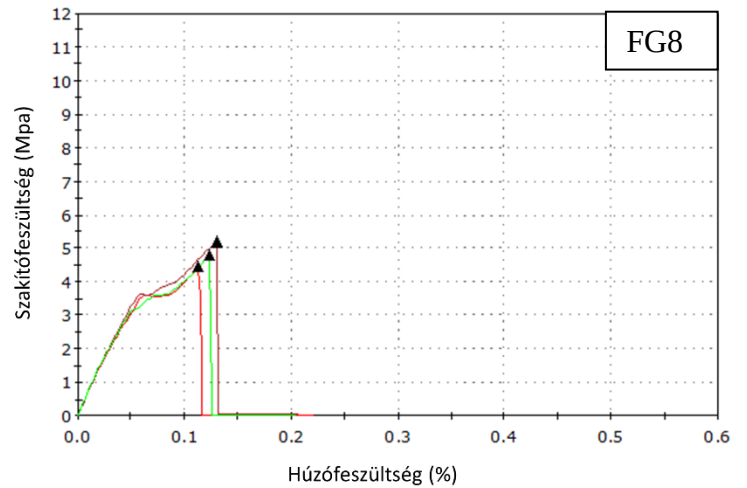
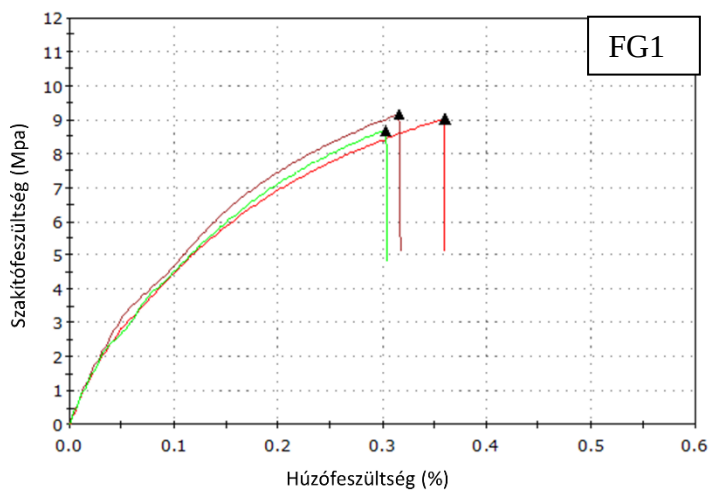
A szakítóvizsgálat eredményből azt láthatjuk, hogy a 3-ik generációig csökken, majd utána emelkedő tendenciát mutat és ezekután a 6-ik generációnál nagy mértékű csökkenést tapasztalhatunk.

A mérések eredményeként azt tapasztalhatjuk, hogy a hatodik generációig kifejezetten jó értékeket vesz fel a szakítószilárdságra, utána nagyobb mértékű romlás következik be.

A 17-es ábrán a feszültség-nyúlás görbén szemléletesen látszik, hogy az értékek kisebb túlzással mondhatni feleződtek.



16. ábra Zöld termék szakítószilárdság maximális terhelésnél generációkra le vetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]



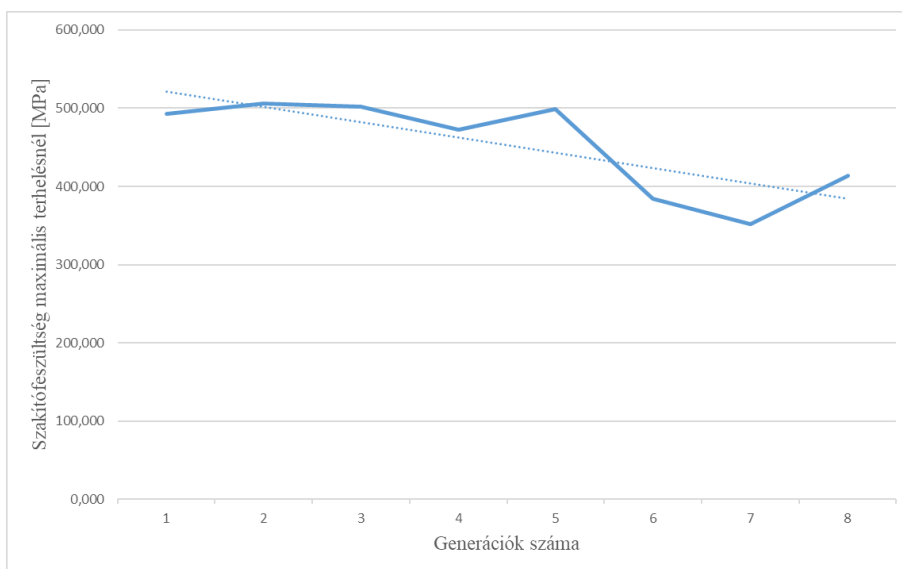
17. ábra Feszültség-nyúlás görbe 1 és 8 generáció zöld termékénél [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

3.1.2. Szinterelt termék

Az Instron 4482 berendezés segítségével végeztem el a szakítóvizsgálatot, mely elektromechanikus rendszerrel működik, 100kN erőmérő cellával és érintésmentes nyúlásméréssel dolgozik.

A mért eredményből azt láthatjuk, hogy egészen a 4-ik generációig, ahol kis mértékű visszaesés van a szakítószilárdságban nagyon minimális eltérés van, majd az 5-ik generációnál vissza növekszik és utána nagyobb léptékű csökkenést vesz a szakítószilárdság

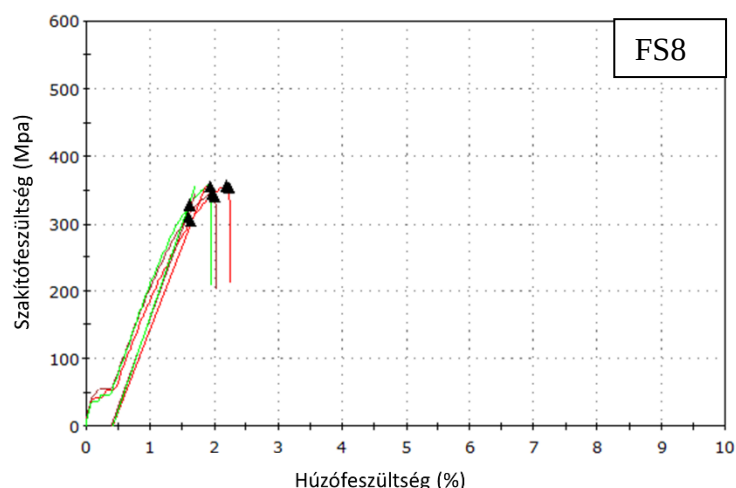
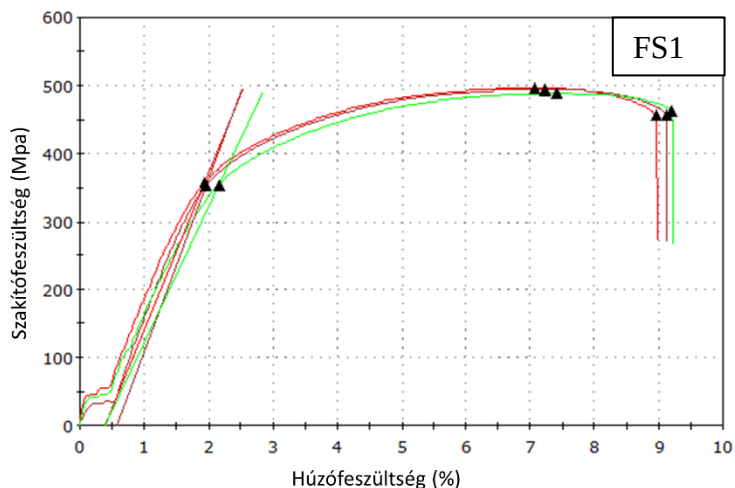
Ugyan azon a technológiai paramétereken történt a szinterelés és kötőanyag eltávolítás minden generáció esetén, feltételezésem szerint a generációkon haladva a folyamatos viasz-wax vesztes a granulátumból okozhatja, hogy a kötőanyag eltávolításakor a későbbi generációkban nem alakult ki a megfelelő porózus szerkezet. Így a szinterelés során a felszabaduló gőz nem tudott távozni, mely nem ideális a kész termékre tekintve, zárványok



18. ábra Szinterelt termék maximális szakítószilárdság generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

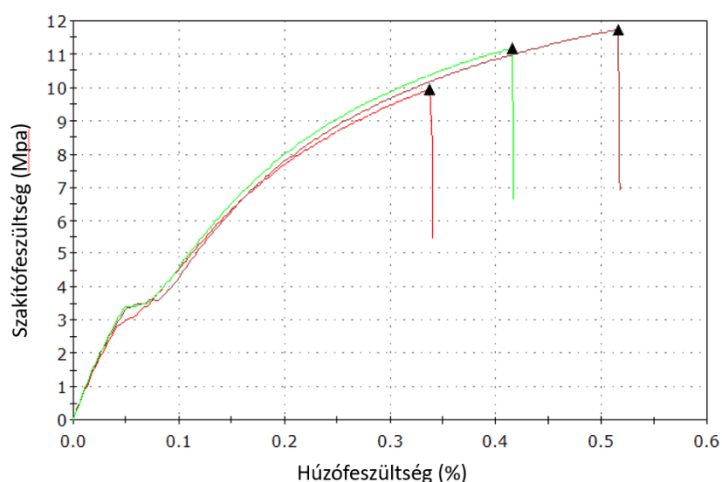
nem megfelelő kötődést okozva ezzel.

A 19-es ábrán látható a feszültség-nyúlás görbe, ami alapján az első és hetedik generációt összehasonlítva látszik a nagy mértékű változás mind a szakítófeszültség maximális értékében mind a húzófeszültség értékében. Az elektronmikroszkóp felvételén látszódó elváltozásokat alátámasztják a szakítóvizsgálat során mért értékek.



19. ábra Feszültség-nyúlás görbe 1 és 8 generáció szinterelt termékénél [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A mérési eredményből azt a konklúziót vontam le, hogy az 5-ik generációig minimális változások vannak a szakítószilárdságban, utána feltételezésem szerinti a nem megfelelő porózus szerkezet, ami a kötőanyag eltávolítás során kellett volna kialakulnia, nagy mértékben befolyásolja a szakítószilárdságot. A 20-as ábrán látható az 5-ik generáció feszültség-nyúlás görbéje, amin a három próbatest értékeiben különbség mutatkozik.



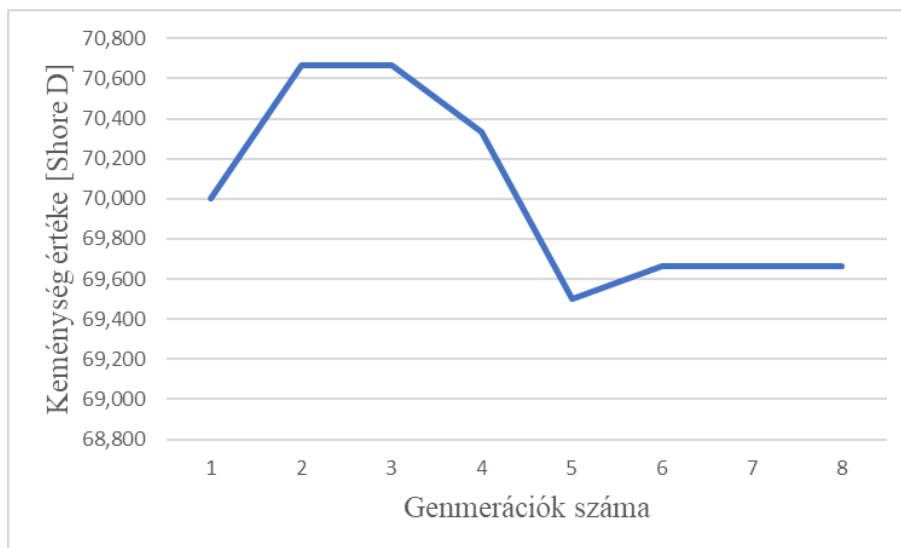
20. ábra Feszültség-nyúlás görbe 5 generáció esetén [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

3.2. Keménységmérés

(Momeni et al., 2019) A kutatásban, ahol ugyanazt a MIM 4605 ötvözetet vizsgálták, mint én jelen kutatásomban azt állítják, hogy Két paraméter befolyásolja a MIM minták keménységét. Az egyik a porkitöltés, amelynek növekedése esetén a porok tömörebbé válnak a szinterezés során, és ennek következtében a végtermék keménysége megnő. A

másik fontos paraméter a minták széntartalma. A polimer kötőanyag égetéséből visszamaradt maradék széntartalommal van összefüggésben, mely behatol a mintába, mely okozza a keménység növekedést [15]

3.2.1. Zöld termék



21. ábra Zöld termék keménység a generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A zöld termék esetén egy Zwick keménységmérő berendezést használtam, Shore D típust alkalmaztam a generációk közti különbség meghatározására, mely kúp, nyílásszög 30°-os terhelése 50 N.

A mérés során arra a megállapításra jutottam, hogy a 3-ik generációig növekszik a keménység értéke majd az 5-ik generációig csökkenő értéket vesz fel, a 6-ik generációnál minimális növekvés tapasztalható és utána az értéke stagnál.

A mérés elvégzése során olyan tapasztalatom volt, hogy a Shore D keménység mérés, ami keményebb műanyagok mérésére szolgál nem volt tökéletes, mivel nagy mértékben befolyásolta az idő, a mérés során, ezt az értéket 10 másodpercre állítottam be.

3.2.2. Szinterelt termék

A szinterelt termék esetén HV30 keménységet mértem, melynek előkészülete volt a próbatest beágyazása és a csiszolat készítése a biztosított egyforma sík mérési felület érdekében.



22. ábra Beágyazott csiszolatok [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

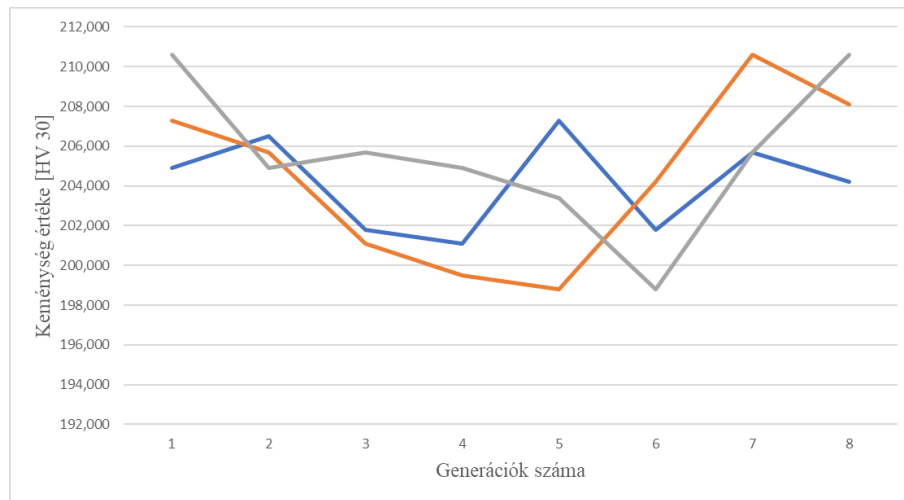
A próbatest fej részéről történt a mintavételezés a beágyazáshoz, ami úgy lett megválasztva hogy nem a szakítóvizsgálat helyéről történt, ennek ábrázolására szolgál a 23-as ábra.



23. ábra Mintavételezés helye piros szaggatott vonallal jelezve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A melegbeágyazásként egy Metkon Finopress beágyazó készülék segített. Három különböző próbatestnek lett a feje szalagfűrészsel levágva és beágyazva, majd a csiszolás és polírozás következett. Ez több lépésőben történt, először egy durvább 320-as szemcseméretű csiszolópapírral, majd egy 600-as szemcseméretű csiszolólapal történt minden nagyobb felületi sérülést, karcot eltávolítottam. Ezekután a polírozáshoz elengedhetetlen 1000-res szemcseméretűvel lett felcsiszolva és a legvégén 3 mikronos csiszoló-polírozó pasztával lett tükrösítve a felület. Megfelelő felület elérése után következett a keménység mérés, mely egy Wolper Diatronix 2RCS keménységmérő géppel végeztem el.

A diagrammon megkülönböztetve jelenítettem meg a három különböző mérés sorozatot, annak érdekében, hogy ne átlagolva jelenjen meg így látható mekkora eltérések vannak a mérés helyének megválasztása esetén.



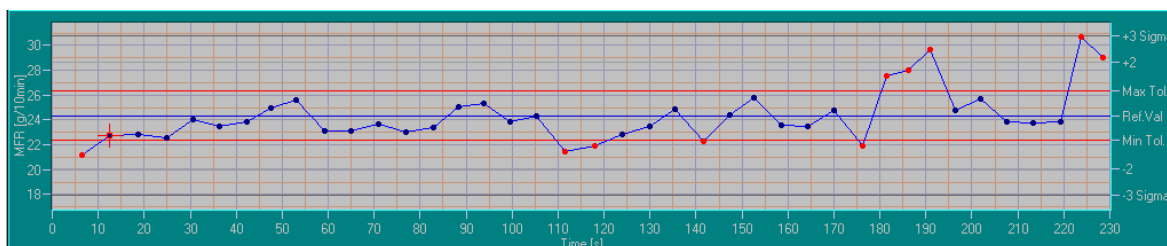
24. ábra: Szinterelt termék keménység a generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A mérési eredményből levontam a konklúziót, hogy kisebb nagyobb eltérésekkel, de 5-6-ik generációig csökkenő tendenciát mutat a keménysége a szinterelt terméknek, utána viszont emelkedni kezd a keménység értéke esetenként nagyobb értéket vesz fel mint a kiindulási úgynevezett szűz alapanyaggal fröccsöntött termék. A mérésben bizonytalanság van ezért a mérést ismételtén szükséges elvégezni.

3.3. MFI mérés

A mérést egy Ceast MF10 mérőberendezéssel végeztem el, mely edzett acélból készült precíziós dugattyúkészlettel és automata mintavágó késsel van ellátva.

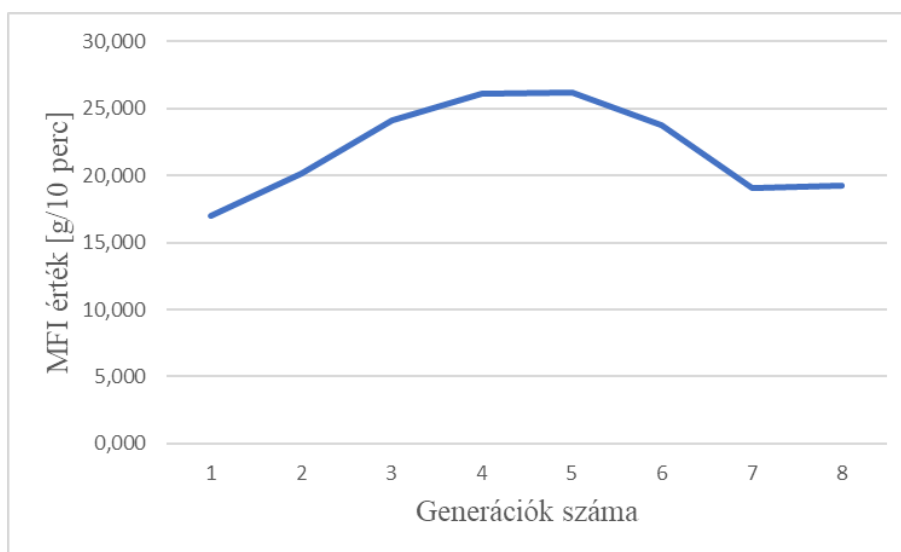
Az MFI mérés során MIM-4605 ötvözetben található CP1200B típusú PP (polipropilén) adatlapja alapján lett beállítva az MFI mérőgép, mely értékei 230 °C-on 2,16 kg terhelő tömeg.



25. ábra MFI mérés diagrammja [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A mérés eredményeként láthatjuk, hogy a negyedik generációig az MFI értéke növekvő tendenciát mutatott, majd az ötödik generációnál csökkenni kezdett az érték a hetedik generációig, ahol stagnált az értéke.

Arra a következtetésre jutottam, hogy a mérés alapján az alapanyagból a felhasználás során a többszörös fröccsöntés során degradálódó polimer miatt növekedni kezdett az MFI értéke, mely során már a wax-viasz kiválás is jelen volt. Ezekután a 4-5-ik generációtól fogva a nagy mértékben kiválódó wax-viasz helyére fém-por-polimer kapcsolatok léptek, így a lecsökkent csúsztató anyagok hiánya miatt csökkenni kezd az MFI értéke.



26. ábra MFI érték generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

4. Vizsgálja meg a töret felületét és a zsugorodás mértékét!

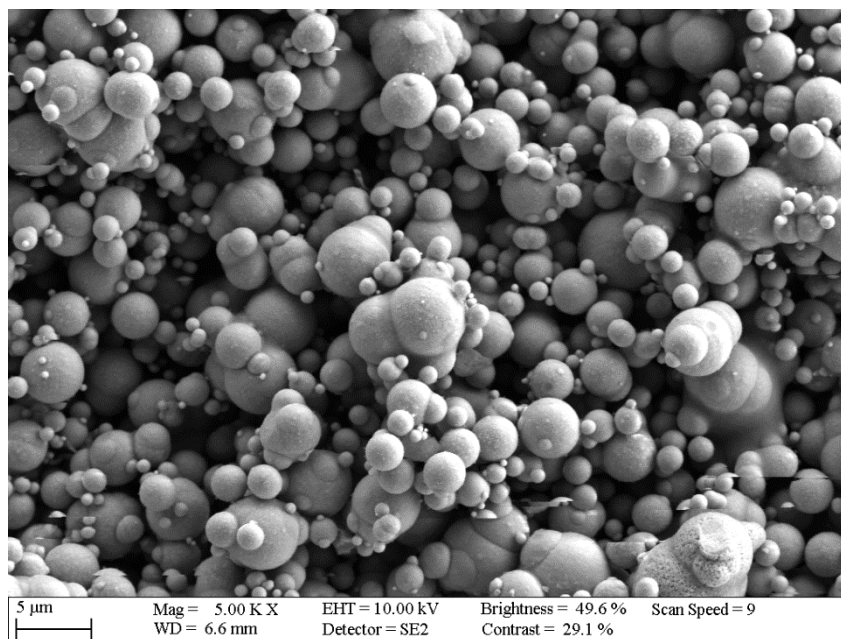
Elektronmikroszkóp mivel a képeket készítettem az egy Zeiss Sigma 300 VP típusú berendezés. Zöld, illetve szinterezett termékek esetén a töretfelületről ötezerszeres nagyításban, gyorsítófeszültség 10 kV, fényerősség megközelítőleg minden esetben 49-51% között volt, a felület szkennelésének a sebessége 8 másodperc képmezőnként, kontraszt 19,2-20,5% között ingadozott, Inlens detektorral.

Az elektronmikroszkópos vizsgálatot azért végeztem el, hogy a próbatesten lássam a kötőanyag elváltozását és megvizsgáljam mikor melyik generációtól kezdve történik jelentős elváltozás.

4.1.1. Szinterelés és kötőanyag eltávolítás

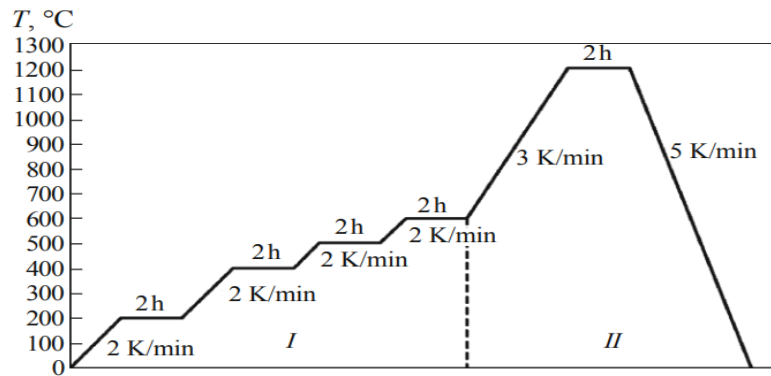
A kötőanyag eltávolítást és a szinterelési folyamatot az AFT-Hungary Kft. biztosította.

Az 27-es ábrán a felhasznált MIM-4605 gyengén ötvözött acélpor szemcsemérete látható ötezerszeres nagyításban.



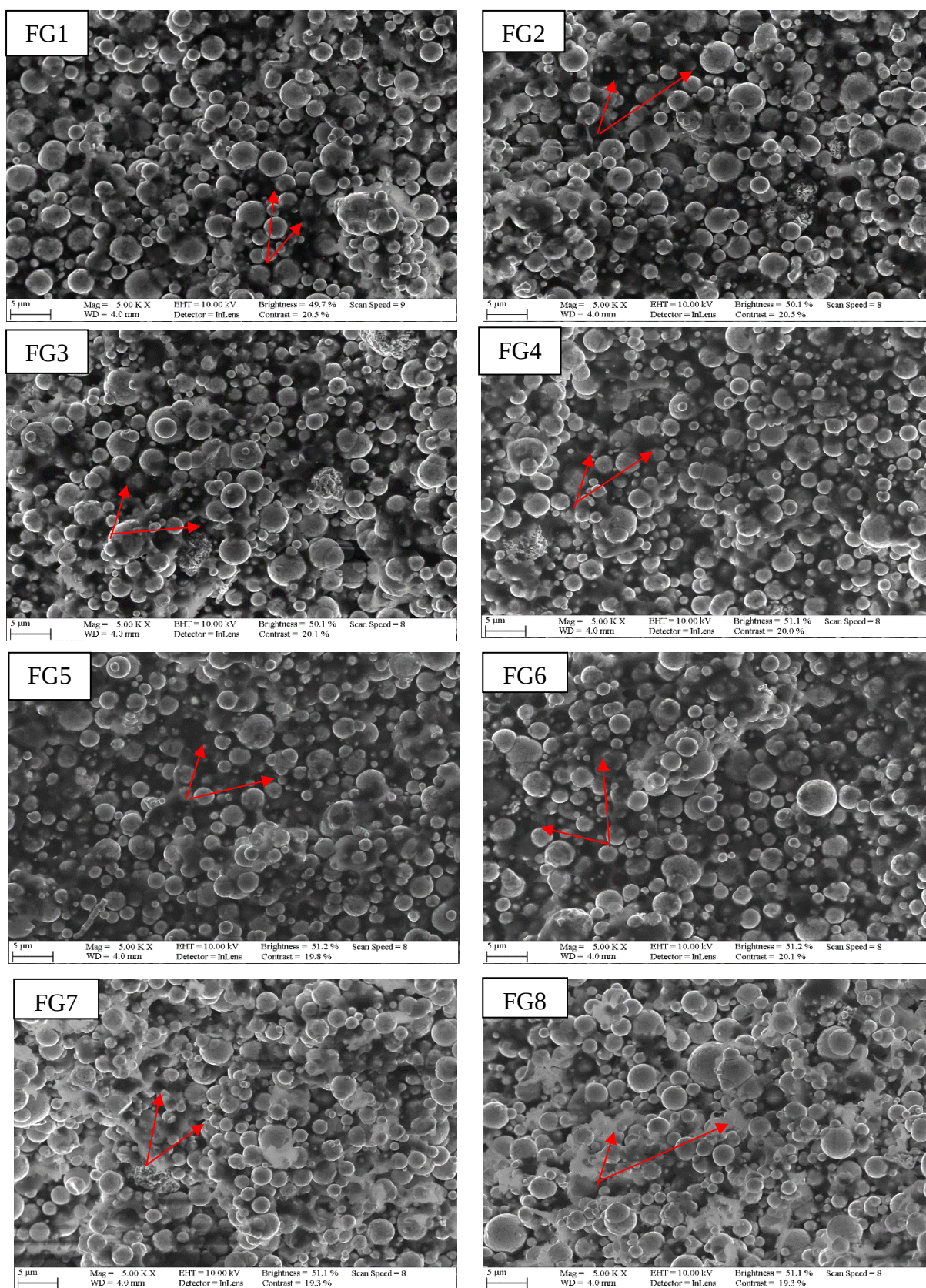
27. ábra Elektronmikroszkópos felvétel 4605 alacsony ötvözött fémporáról [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A 28-as ábrán látható a próbatest másodlagos kötőanyag eltávolítási és szinterelési ciklusa. Maga a szinterelési folyamat indítja el a másodlagos kötőanyag eltávolítást. A csúcshőmérséklet hőtartási ideje következtével a munkadarabokat (jelen esetben a próbatesteket) a kemencével együtt kellett lehűteni.



28. ábra *Próbatestek kötőanyag eltávolítása és szinterelési ciklus: I) termikus extrakció; II) szinterezés [16]*

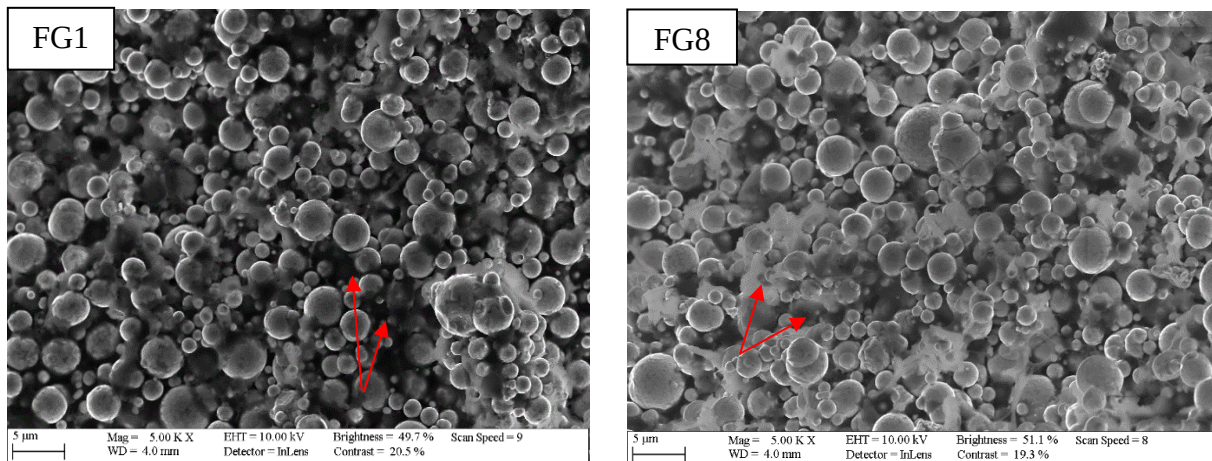
4.1.2. Zöld termék töret felület



29. ábra Elektronmikroszkópos ötezerszeres nagyításban felvétel zöld termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

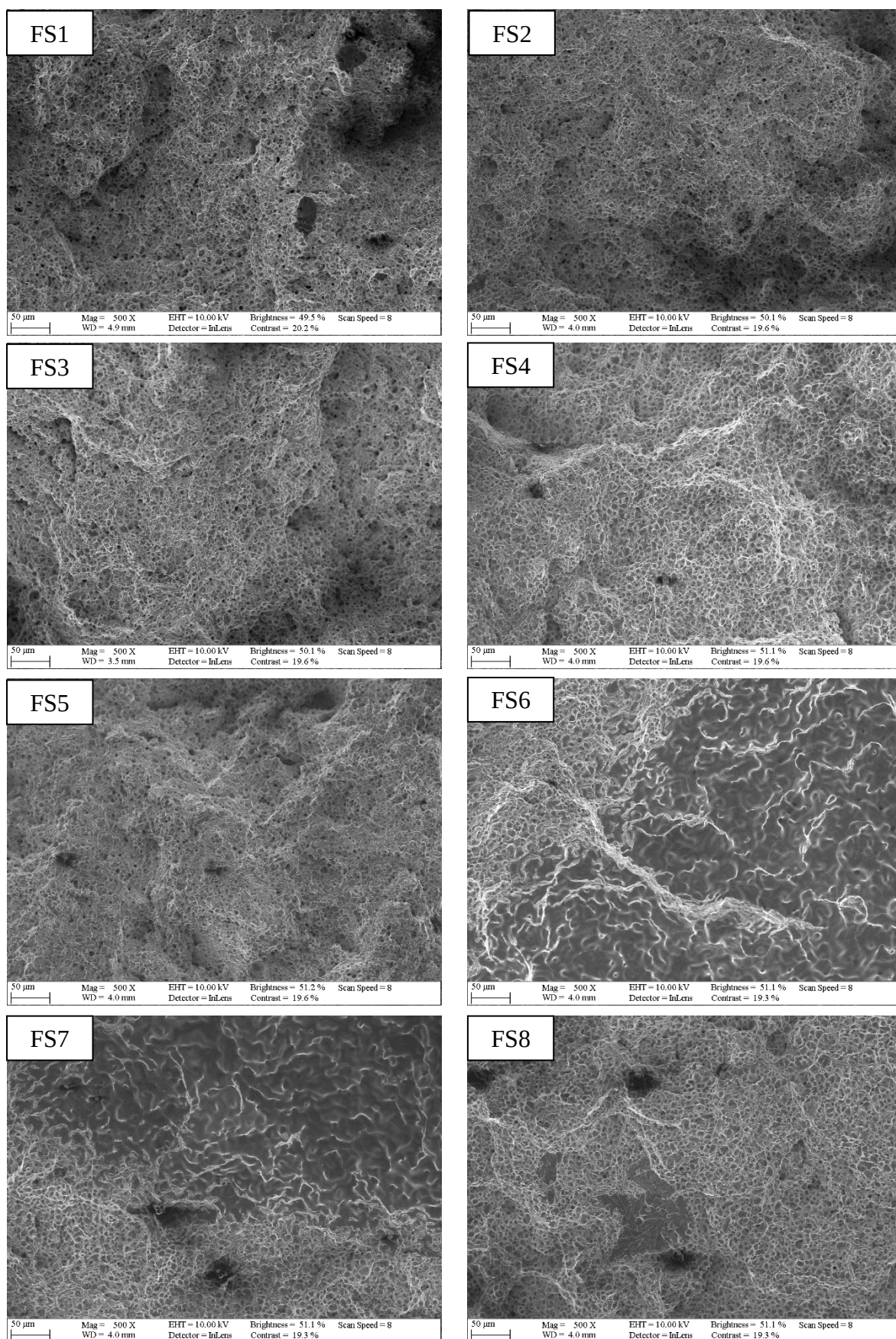
A roncsolásos vizsgálati módszerek közé tartozik a szakítóvizsgálat. A próbatest elszakítása után kaptam meg a töretfelületet, ami a szétszakadt résznél képződő felület. Zöld termék esetén, ami kötőanyagban dús. A 29-es ábrán jól látható ezek a kötőanyag dúsulások, melyeket piros nyilakkal jelöltem.

Szakítóvizsgálat után a töret felületeket elektronmikroszkóp segítségével vizsgáltam meg azzal a céllal, hogy összehasonlítsam a zöld és a szinter termékeket. Vizsgálat során elsősorban látványosabb eltéréseket kerestem ennek eredményeként arra a következtetésre jutottam, hogy a 6-ik generációig jelentős eltérés nincs. A képek összehasonlítása során a por és a kötőanyagban minimális az eltérés. Továbbá látható, hogy a 7-8-ik generációban jelentős a kötőanyag eloszlása. [22]

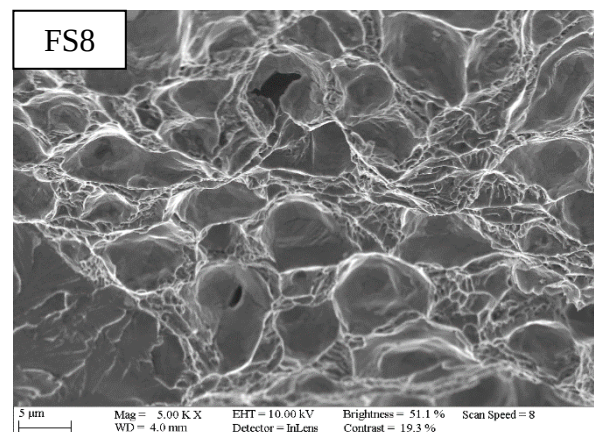
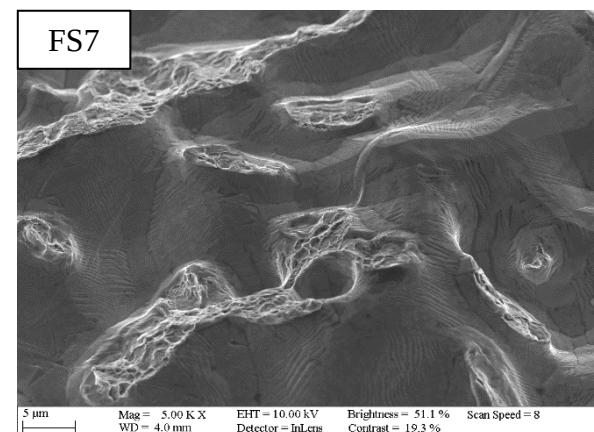
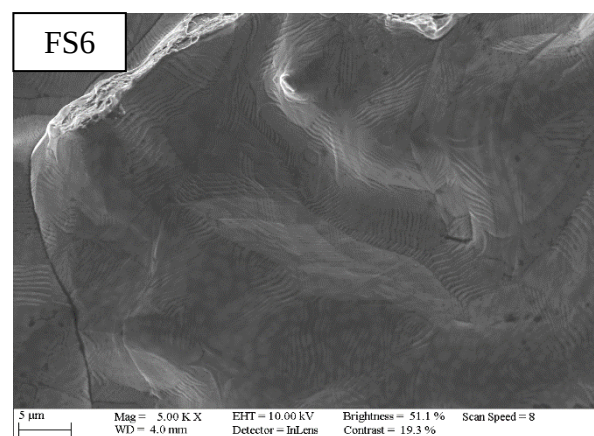
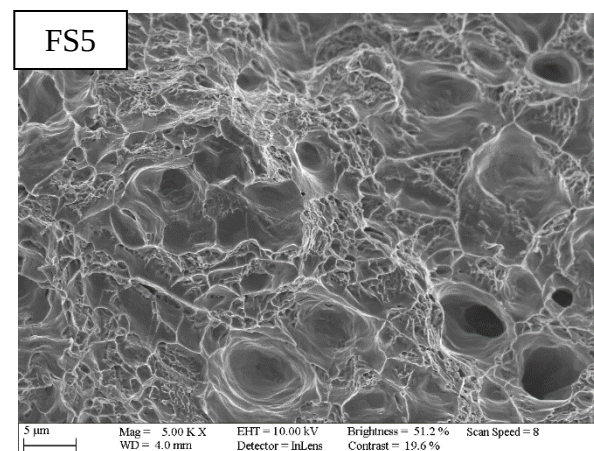
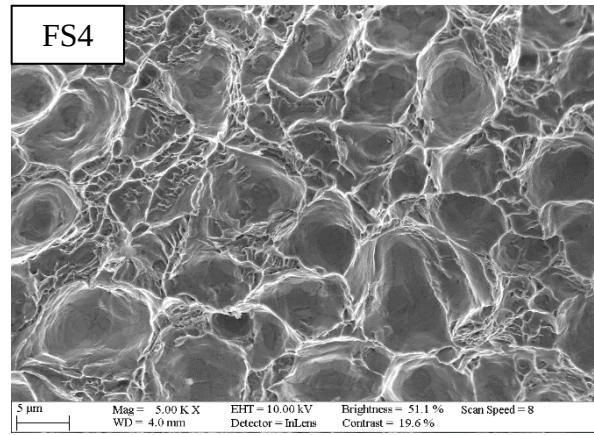
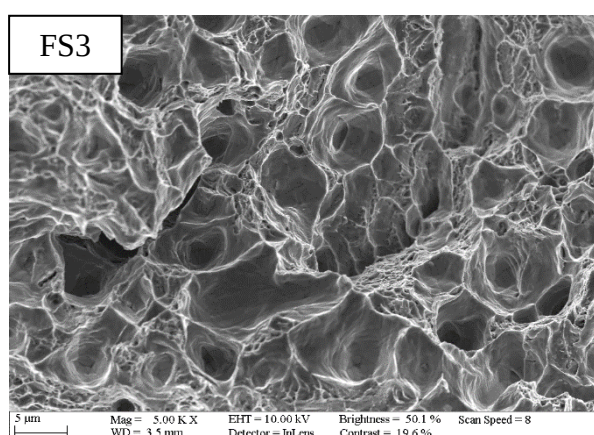
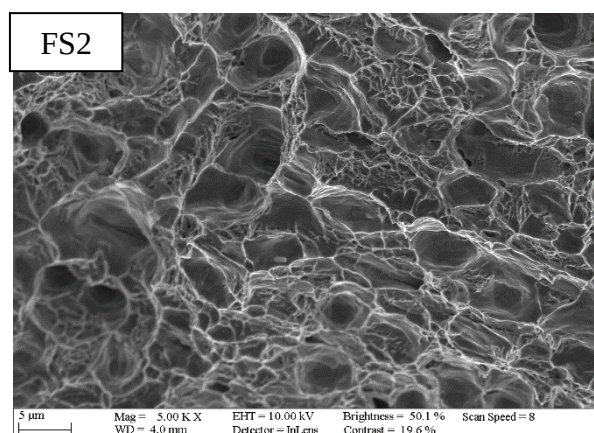
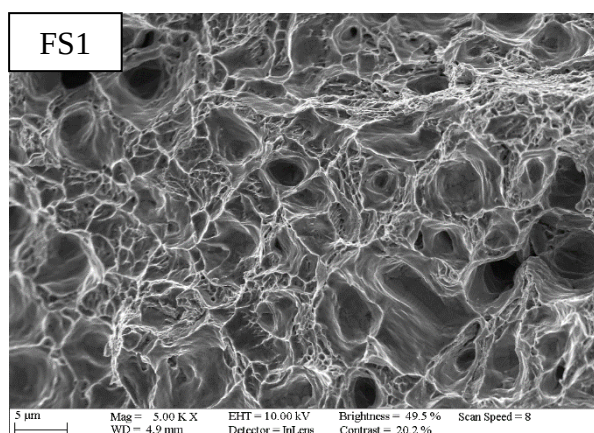


30. ábra 1. és 8. generáció összehasonlítása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

4.1.3. Szinterelt termék töret felület



31. ábra Elektronmikroszkópos felvétel ötszázszoros nagyításban szinterezett termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]



32. ábra Elektronmikroszkópos felvétel ötezerszeres nagyításban szinterezett termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Vizsgálat során elsősorban látványosabb eltéréseket kerestem, eredményként arra jutottam, hogy a 5-ik generációig jelentős eltérést nem tapasztaltam. Képek összehasonlítása során láthatjuk, hogy az 5-ik generációtól látványos elváltozás van a töret felületen, ami magyarázatot adhat arra, hogy miért csökkent nagy mértékben a szakítófeszültsége az 5-ik generációtól fogva a próbatesteknek.[22]

A 31-es ábrán, mely ötszázszoros nagyításban készült a töret felületről láthatjuk, hogy réteges a felület az 5-ik generációig utána durva szemcsés lesz.

A 32-ábrán ötezerszeres nagyításban szemcsés szakadásokat láthatunk az 5-ik generációig utána következő generációkban szemcse szakadások történnek. Kis mértékű különbségek alakulnak a töret felületeken.

4.1.4. Méret változás gyártás közben

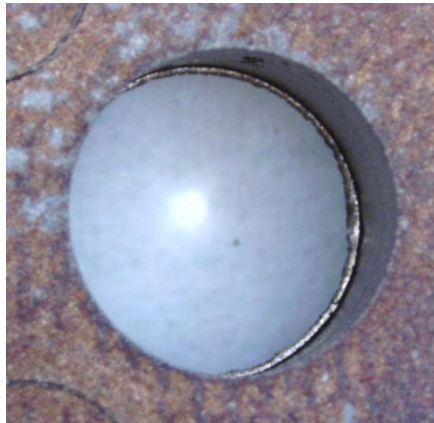
Zsugorodás várható a zöld termékből a szinterezett termékig, ennek az az oka, hogy a kötőanyag eltávolításakor porózus szerkezet alakul ki, ami szükséges a szinterelés során, hogy a másodlagos kötőanyag eltávolításakor, amit maga a szinterelés folyamata indít el, hogy a felszabaduló gőz távozni tudjon a termék szerkezetéből. A zsugorodás körülbelül 15-20%, ami azt jelzi, hogy a szinterezett végleges alkatrész mennyivel lesz kisebb a "zöld" termékhez képest. Erre a zsugorodásra már szimulációban is van lehetőség így maga a termék tervezése folyamatában már könnyebben lehet tervezni.[14] [19]

Zsugorodás mérését egy Mitutoyo PJ-A3000 profilprojektorral végeztem el, mely a 33-as ábrán látható.



***33. ábra Mitutoyo PJ-A3000 profilprojektor
[Nagy Zsombor Lajos, szerző]***

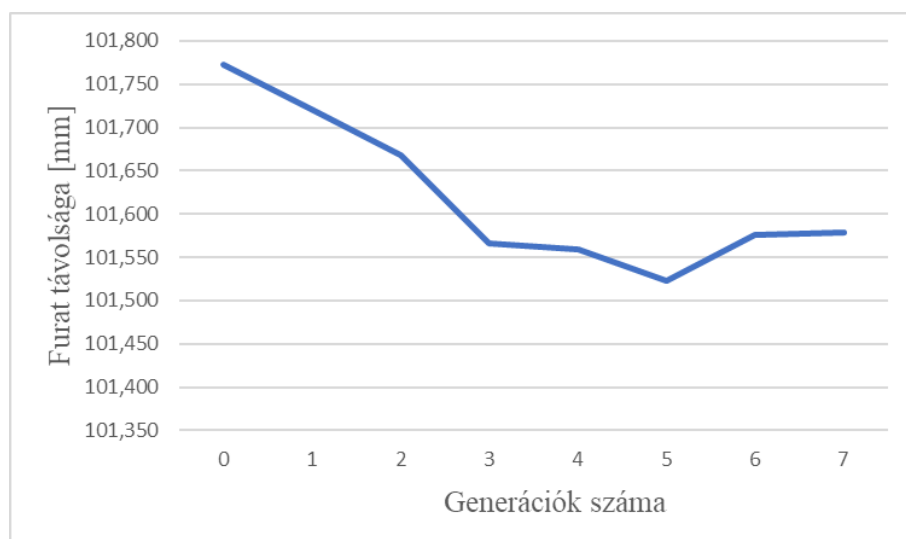
Ennek előkészülete volt, hogy a próbatest furatát sorja mentesíteni kellett. A 34-es ábrán látható a sorja mértéke. Sorja eltávolítást kézi dörzsárazással történt. Erre azért volt szükség, hogy a profilprojektossal való méréskor pontos eredményt kapjak a zsugorodás mértékéről, mivel sorja volt megfigyelhető a zöld, illetve a szinterezett termék furatában.



34. ábra Sorjás furat [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A mérések alapján, ahol a zöld termék méret változás értékét mértem azt tapasztaltam, hogy a generáció újrafeldolgozások után egy egyértelműen csökkenő tendenciát mutat a méret, ami azt mutatja, hogy nő a zsugor. Ez azt is jelentheti, hogy az összetétele a zöld termék alapanyagának megváltozik.

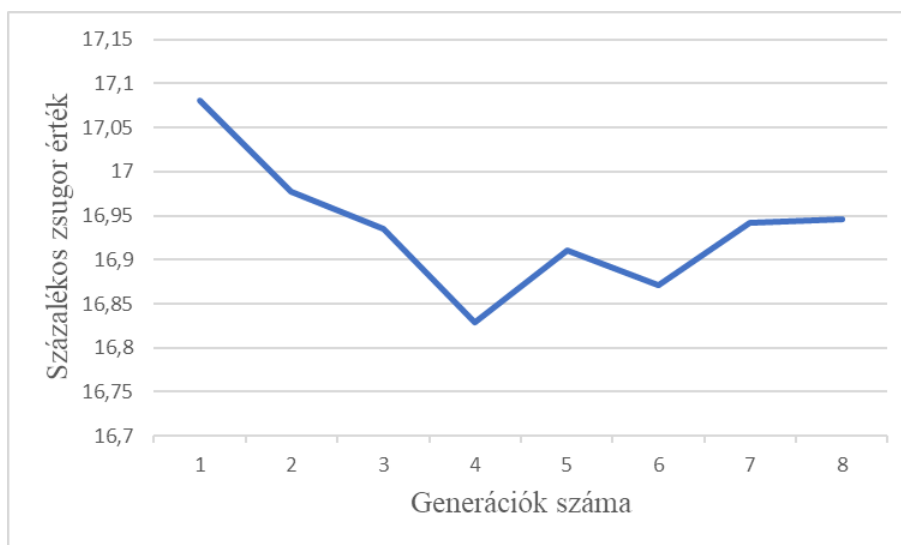
Továbbá megfigyelhető, hogy egyedül a 4-ik generációnál van kisebb léptékű változás és az 5-ik generációtól tekintve növekszik a felvett érték.



35. ábra Zöld termék zsugor változása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

A szinterezett termék esetén elvégeztem a mérést, ahol többnyire növekvő tendenciát mutat a méret változás értéke majd a 3-tól a 4-ik egy nagyobb mértékű csökkenés áll be a zsugorodás értékébe, az 5-ik generációnál minimális növekedés történik ezután újra csökkenni kezd.

Az, hogy a 3-ik generációig emelkedő tendenciával találkoztam, ami alá támasztaná azt a feltételezést, hogy a keverék alkotói koncentrációi megváltozik és ez azt okozza, hogy a kiváló viasz helyére másodlagos polimer kötőanyag kerül. Eredményben bizonytalanságot tapasztaltam.



36. ábra Szinter termék zsugor változása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Szemléletes képen a 37-es ábra mutatja a zöld termékre helyezett szinterelt termékkel, hogy mekkora szinterelés utáni méret különbsége.



37. ábra Zöld és szinter termék zsugor szemléltetése [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

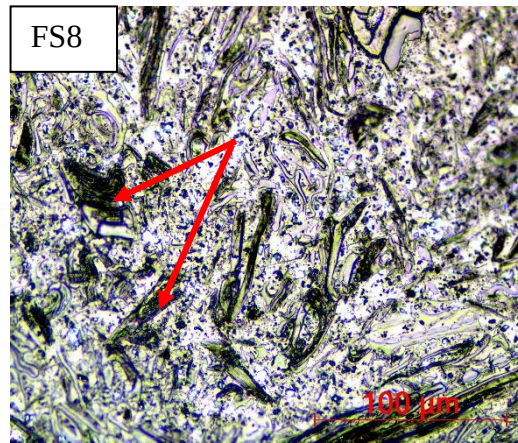
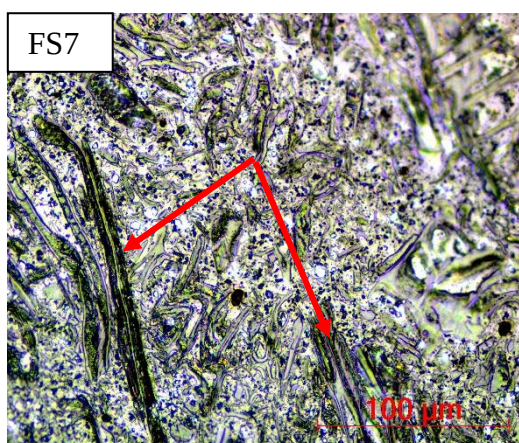
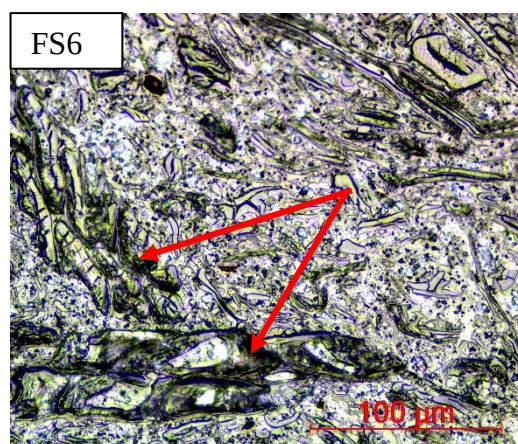
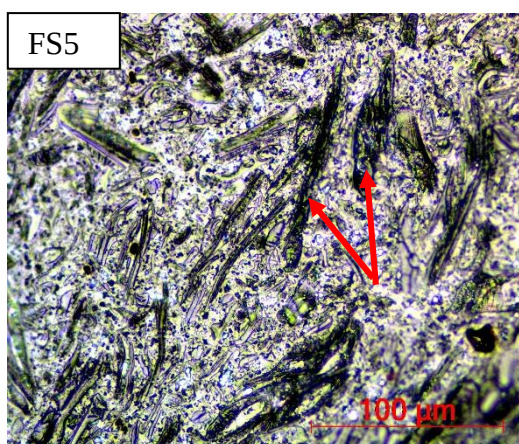
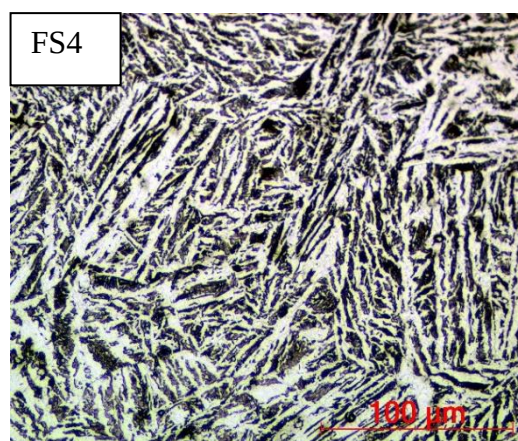
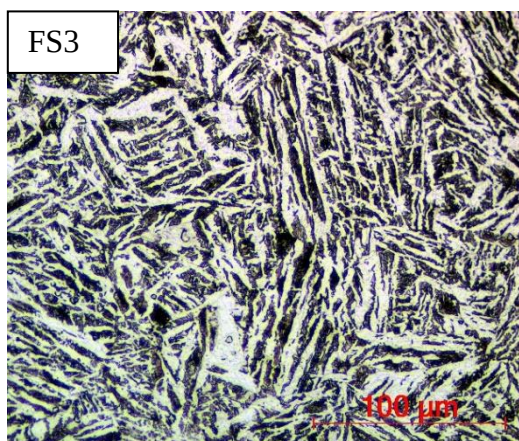
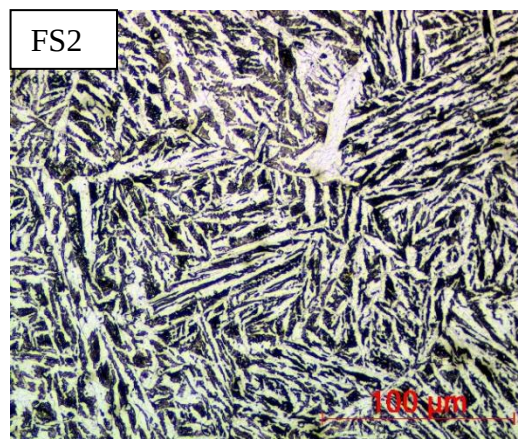
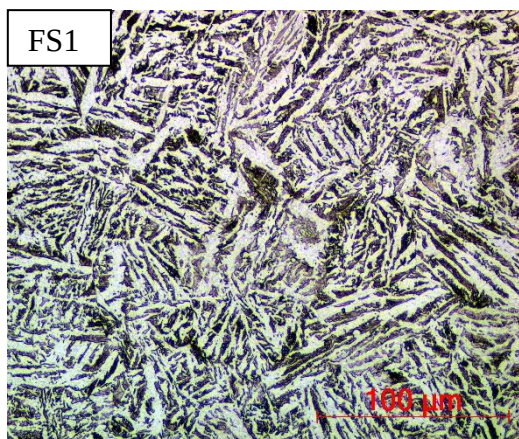
5. Elemezze a kialakult szövetszerkezetet maratás után!

A maratáshoz 2%-os Nitál marószert alkalmaztam, így az előkészített polírozott mintafelületén oldó/színező hatású oldattal történt a kezelés. A kevésbé nemes kristályszemcséket oldják, a nemesebbik kevésbé vagy egyáltalán nem. Az ilyen anyagokba be nem maródott és a maródott részek jól megkülönböztethetők. Mikroszkóppal nézve világosabb, illetve sötétebb részek láthatók.

Maratás során 15 másodpercig hagytam a mintafelületén a marató anyagot míg szabadszemmel nem láttam a megfelelő elszürkült mart felületet. Észrevételeim szerint a 15 másodperc a 4-ik generációig volt megfelelő az 5-ik generációtól fogva már csak 10-12 másodpercig volt szükséges a maratás.

Mikroszkóp, melyen vizsgáltam a szövetszerkezetet és készítettem a képeket az egy Zeiss Axio Imager. M2m gép, amin a legnagyobb nagyítás 500-szoros.

A 38-as ábrán láthatjuk, hogy az első négy generáció esetén nagyon finom ferrit-perlit szövetszerkezetet láthatunk. Az ötödik generációtól fogva szénben dúsult területek jelennek meg, ami magyarázatként szolgálhat arra, hogy az elsődleges kötőanyag eltávolításakor nem jött létre a megfelelő porózus szerkezet. Ezeket a nagy méretű dúsulásokat piros nyíllal jelöltem a 38-as ábrán. A szintereléskor így a másodlagos kötőanyag eltávolításakor nem tud távozni a kötőanyag, feltételezhető, hogy diffúzió által a polimer is szénhidrogén kapcsolat ezért a szerves műanyag a szemcsék határán feldúsul, ebből kifolyóan láthatunk szénben dús területeket. A dúsulás magyarázatul szolgál a szakítófeszültség csökkenésére és a nyúlás csökkenésére is. Illetve szövetszerkezet érdekessége miatt a mérés megismétlésére ad okot. [20][21]



38. ábra Mikroszkópi képek 500x nagyítással szövetszerkezetről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

6. Tegyen javaslatot gyakorlati esetben termék esetén a termék optimalizálásra!

A mérések alapján arra a következtetésre jutottam, hogy minimális a szakítóvizsgálat, illetve a keménység mérés eredményei esetén a generációk közti különbség, leginkább az MFI értéke változik, ami alapján és a gyártás során tapasztalt jelentős wax-viasz kiválás okozza az alapanyagban a változást.

A mérések során információ és tapasztalatom alapján arra a következtetésre jutottam, hogy minimális eltérés miatt az alapanyagot akár 4 maximum 5-szor is fellehet használni frissítés hozzá adása nélkül is, ezeket a megállapításokat 8 generációig vizsgálva történtek.

További felhasználás során a fröccsöntési akár szerszám hőmérséklet akár nyomás vagy ömledék hőmérséklet technológiai paramétereken, és feltehetően a kötőanyag eltávolítása és a szinterelési paraméterek változtatását igényelné. Feltételezhető az is, hogy az alapanyagba a kivált viasz hozzáadása is segítségül szolgálna.(Askari & Momeni, 2021) A kutatásban arra a következtetésre jutottak, hogy sikeresen egy optimalizált viasz alapú kötőanyag-rendszert tudtak alkalmazni az alapanyag fejlesztésére.[17]

További vizsgálatok során rálátásom lenne, hogy tovább generációzva az alapanyag milyen szintű és milyen tulajdonságában történne jelentős változás, esetleg milyen változtatások lennének szükségesek az alapanyag tulajdonságainak javítása érdekében.

Tehát többféle vizsgálat alapján az a feltételezésem, hogy az alapanyagban a legjelentősebb változás a viasz kiválás okozhatja, illetve az hogy újra felhasználás során a kötőanyagban lévő polimer mátrix degradálódik, a polimer láncok töredezése miatt növekszik az MFI értéke.(Zhang et al., 2022 A kutatásban arra a megállapításra jutottak, hogy jó reológiai tulajdonságok és az alapanyagok homogenitásának eléréséhez szükséges, hogy a kötőanyagrendszerben lévő különböző polimer komponensek kompatibilisek legyenek, és jól kölcsönhatásba lépjenek a fémporral. A kötőanyag-komponensek nem megfelelő kompatibilitása gyenge homogenitást és akár a nyersanyag-leválasztást is okozhat, ami végső soron a fröccsöntés és szinterelési meghibásodásához vezethet.)Ami az esetemben magyarázatot adhat arra, hogy a későbbi 5-6-ik generációnál miért történt nagy mértékű változás, miszerint itt már a polimer degradáció és a wax-viasz kiválás mértéke miatt már nincs meg az alapanyagban a szükséges mennyiségű kötőanyag komponensek.

Összefoglalás

A kutatásom során számos vizsgálatot és irodalomkutatást végeztem annak érdekében, hogy megismerjem az alapanyag viselkedését a reciklálás során. Az egész folyamat végén a beállított paraméterek állandónak bizonyultak, a fröccsöntés, kötőanyag eltávolítása és a szinterelés során nem történtek változtatások annak érdekében, hogy csak is az alapanyag változását megismerjem és megvizsgáljam azt.

Vizsgálatok a következők voltak:

- Szakítóvizsgálat

Zöld termék esetén mérések eredményeként azt tapasztaltam, hogy a hatodik generációig kifejezetten jó értékeket vesz fel szakítószilárdságra, utána nagyobb mértékű romlás következik be.

Szinterezett termék esetén a mérések alapján az 5-ik generációig minimális változások voltak, utána feltételezésem szerint nem megfelelő a porózus szerkezet, aminek a kötőanyag eltávolítás során kellett volna kialakulnia és nagy mértékben befolyásolta a szakítószilárdságot.

- Eletronmikroszkópos töret felület vizsgálás

A zöld termék esetén a fémpor és a kötőanyagban minimális az eltérés, továbbá látható, hogy a 7-8-ik generációban jelentős a kötőanyag eloszlása.

Szinterezett termék esetén a töret felületről láthatjuk, hogy a réteges a felület az 5-ik generációig, majd utána durva szemcsés lesz a felület.

- Zsugor mérés

Zöld termék esetén az 5-ik generációig csökken a zsugorodás értéke utána növekszik a felvett érték.

Szinterelt termék esetén csökken a méretváltozása zöld termékhez viszonyítva az ötödik generációig, majd növekedik a felvett értéke.

- Keménységmérés

Zöld termék esetén 3-ik generációig növekszik a keménység értéke majd az 5-ik generációig csökkenő értéket vesz fel, 6-ik generációnál minimális növekvés tapasztalható és utána az értéke stagnál.

Szinterezett termék esetén kisebb nagyobb eltérésekkel, de 5-6-ik generációig csökkenő tendenciát mutat a keménysége a szinterelt terméknek, utána viszont emelkedni kezd a keménység értéke.

- MFI mérés

Az MFI értéke a 4-5-ik generációig növekszik polimer degradáció miatt, utána a nagyobb mértékű wax-viasz kiválás miatt csökkenni kezd az MFI értéke.

– Szövetszerkezet vizsgálás

Az első négy generáció esetén finom ferrit perlit szövetszerkezet alakul ki, majd ezekután a további generációkban jelentős szén dúsulás lép fel, ami a másodlagos kötőanyag eltávolítása során jön létre.

Mérés sorozatom végére érve, majd azt kiértékelve arra a következtetésre jutottam, hogy a 4-5-ik újrafeldolgozás során a legtöbb mért-vizsgált tulajdonságában történt a változás.

Összeségben minden mérésem eredményeként a végeredmény, hogy az 5-ik generációnál történik minden nagy változás, ami befolyásolja a termék tulajdonságait.

A megállapításon az, hogy az alapanyag többszöri felhasználása során, a polimer kötőanyag degradációja elősegítheti a fröccsönthetőséget. A folyamatos wax-viasz vesztes, ami jelenleg a feltételezésem, az 5-ik generációnál már kimutathatóan rontja a termék minőségét.

Az MFI értéke is csökkenő tendenciát mutat, ami nehezíti a fröccsöntést a kiváló csúsztató anyagok miatt, továbbá a szövetszerkezeti elváltozás és szakítófeszültség csökkenését is okozza.

További bizonyításra vár, hogy igazoljam, hogy valóban a wax-viasz kiválása a felelős az alapanyag degradációjának a reciklálás során. További méréssel szeretném még vizsgálni, ami TGA tömegváltozás mérése, piknométeres sűrűség mérés, Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópiával (FT-IR) kimutatható lehetne a degradációban megkötött oxigén jelenléte és a mennyiségére is következtetni lehetne belőle.

Ábrajegyzék

1. ábra: MIM eljárás folyamatábrája [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
2. ábra: Alapanyag bekeverésének menete [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
3. ábra: Alap fröccsöntő gép vázlata [1]
4. ábra A barna termék keletkezésének helye a MIM folyamat közben [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
5. ábra: Kötőanyag kapcsolódása [3]
6. ábra Kétlépcsős kötőanyag eltávolítás [4]
7. ábra: Kétgömbös szinterezési modell [7]
8. ábra Zsugor változása különböző paraméterek hatására [3]
9. ábra MFI mérőberendezés elvi vázlata [9]
10. ábra Próbatess húzóvizsgálati típusok [12]
11. ábra Zöld próbatess méretei ábrázolása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
12. ábra Battenfeld BA 600 CDC [23]
13. ábra Szinterezett próbatess méretei ábrázolása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
14. ábra Próbatess és a hozzá tartozó engusz [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
15. ábra Generációból kivett minták [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
16. ábra Zöld termék szakítószilárdság maximális terhelésnél generációkra le vetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
17. ábra Feszültség-nyúlás görbe 1 és 8 generáció zöld termékénél [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
18. ábra Szinterelt termék maximális szakítószilárdság generációkra le vetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
19. ábra Feszültség-nyúlás görbe 1 és 8 generáció szinterelt termékénél [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
20. ábra Feszültség-nyúlás görbe 5 generáció esetén [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
21. ábra Zöld termék keménység a generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
22. ábra Beágyazott csiszolatok [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
23. ábra Mintavételezés helye piros szaggatott vonallal jelezve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
24. ábra: Szinterelt termék keménység a generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
25. ábra MFI mérés diagrammja [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
26. ábra MFI érték generációkra levetítve [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
27. ábra Elektronmikroszkópos felvétel 4605 alacsony ötvöztött fémporáról [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
28. ábra Próbatess kötéanyag eltávolítása és szinterelési ciklus: I) termikus extrakció; II) szinterezés [16]
29. ábra Elektronmikroszkópos ötezerszeres nagyításban felvétel zöld termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
30. ábra 1. és 8. generáció összehasonlítása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
31. ábra Elektronmikroszkópos felvétel ötszázszoros nagyításban szinterezett termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
32. ábra Elektronmikroszkópos felvétel ötezerszeres nagyításban szinterezett termék töretfelületéről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
33. ábra Mitutoyo PJ-A3000 profilprojektor [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
34. ábra Sorjás furat [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
35. ábra Zöld termék zsugor változása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
36. ábra Szinter termék zsugor változása [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
37. ábra Zöld és szinter termék zsugor szemléltetése [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

38. ábra Mikroszkópi képek 500x nagyítással szövetszerkezetről [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Táblázatjegyzék

1. táblázat MIM4605 gyengén ötvözött acél főbb komponensei [24]
2. táblázat MIM4605 gyengén ötvözött acél mechanikai tulajdonságai [24]
3. Táblázat Meghatározott feldolgozási paraméterek [Nagy Zsombor Lajos, szerző]
4. táblázat Granulátum meghatározásához tartozó táblázat [Nagy Zsombor Lajos, szerző]

Irodalomjegyzék

- [1] I. Todd and A. T. Sidambe, University of Sheffield, UK, Developments in metal injection moulding (MIM), Woodhead Publishing Limited, 2013.
- [2] Sebastian Engström (2017), A review of the MIM process and its optimization
- [3] Donald F. Heaney (2019), Handbook of Metal Injection Molding, Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering
- [4] Joamin Gonzalez-Gutierrez, Santiago Cano, Stephan Schuschnigg, Christian Kukla, Janak Sapkota, Clemens Holzer (2018) Additive Manufacturing of Metallic and Ceramic Components by the Material Extrusion of Highly-Filled Polymers: A Review and Future Perspectives
- [5] S. Banerjee, C.J.Joens, Handbook of Metal Injection Molding, Second Edition, D.F. Henaey szerk., Woodhead Publishing, UK, 2019
- [6] R. K. Enneti és mtsai, Handbook of Metal Injection Molding, Second Edition, D. F. Heaney szerk., Woodhead kiadó, UK, 2019.
- [7] MARÍA IRENE DE DIEGO CALDERÓN, Inter-particle connections development during sintering of Cr-Mo-alloyed steel powder in N₂/H₂ atmosphere, Department of Materials and Manufacturing Technology, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden, 2009.
- [8] <https://quattroplast.hu/muanyagipariszemle/2014/03/a-folyasindex-mfi-nemcsak-az-omledek-tulajdonsagainak-meroszama-1-resz-05.pdf>
- [9] Hőre lágyuló műanyagok folyóképességének vizsgálata,
http://www.pt.bme.hu/segedletek/b2_mfi_v7.1.pdf
- [10] Pukánszky, B.; Moczó, J., Műanyagok, Typotex Kiadó, 2011, Budapest
- [11] Czvikovszky, T.; Nagy, P.; Gaál, J., A polimertechnika alapjai, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 2000.
- [12] http://www.pt.bme.hu/segedletek/a1_szakitas_v4.pdf
- [13] https://www.att.bme.hu/neptuncode/BMEGEMTBGA1/segedletek/Szakitovizsgalat_sillabusz.pdf
- [14] Donald F. Heaney, Roberto Spina, Numerical analysis of debinding and sintering of MIM parts, Journal of Materials Processing Technology, Volume 191, Issues 1–3, 2007, Pages 385–389, ISSN 0924-0136,
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.03.080>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013607002907>)
- [15] Momeni, V., Askari, A., Alaei, M.H. et al. The Effect of Powder Loading and Binder System on the Mechanical, Rheological and Microstructural Properties of 4605 Powder in MIM Process. Trans Indian Inst Met 72, 1245–1254 (2019).
<https://doi.org/10.1007/s12666-019-01615-1>
- [16] Momeni, V., Alaei, M.H., Askari, A. et al. Effect of the Fraction of Steel 4605 Powder in the Load in Injection Molding with the Use of a Polymer-Based Binder. Met Sci Heat Treat 61, 777–781 (2020).
<https://doi.org/10.1007/s11041-020-00499-z>

- [17] Ali Askari, Vahid Momeni, Rheological investigation and injection optimization of Fe–2Ni–2Cu feedstock for metal injection molding process, *Materials Chemistry and Physics*, Volume 271, 2021, 124926, ISSN 0254-0584,
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124926>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058421007094>)
- [18] Hongzhou Zhang, Muhammad D. Hayat, Wen Zhang, Harshpreet Singh, Ke Hu, Peng Cao, Improving an easy-to-debind PEG/PPC/PMMA-based binder, *Polymer*, Volume 262, 2022, 125465, ISSN 0032-3861,
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125465>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386122009533>)
- [19] A. Dehghan-Manshadi, M.J. Bermingham, M.S. Dargusch, D.H. StJohn, M. Qian, Metal injection moulding of titanium and titanium alloys: Challenges and recent development, *Powder Technology*, Volume 319, 2017, Pages 289-301, ISSN 0032-5910,
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.06.053>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591017305120>)
- [20] B. Bodzay, B.B. Marosfoi, T. Igricz, K. Bocz, G. Marosi, Polymer degradation studies using laser pyrolysis-FTIR microanalysis, *Journal of Analytical and applied Pyrolysis*, Volume 85, Issues 1–2, 2009, Pages 313-320, ISSN 0165-2370,
<https://doi.org/10.1016/j.jaap.2008.11.016>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165237008001861>)
- [21] S.M. Al-Salem, 9 - Kinetic Studies Related to Polymer Degradation and Stability, Editor(s): S.M. Al-Salem, In *Plastics Design Library, Plastics to Energy*, William Andrew Publishing, 2019, Pages 233-268, ISBN 9780128131404,
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813140-4.00009-1>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128131404000091>)
- [22] Claire Arnoult, Jean Di Martino, David Ruch, Prediction and limitation of polymer degradation in Environmental SEM, *Ultramicroscopy*, Volume 122, 2012, Pages 32-36, ISSN 0304-3991,
<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.07.027>.
(<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304399112001970>)
- [23]<https://maszyneria.com/en/product/battenfeld-ba-600-cdc-injection-molding-machine/>
- [24]<https://optimim.com/en/metal-injection-molding-mim/material-options/low-alloy-steel/mim-4605-as-sintered>

Melléklet