

KARELIA-AMMATTIKORKEAKOULU
Konetekniikan koulutusohjelma

Jani Niemi
Roni Rasi

Huokoisuuden säätäminen metallien ruiskuvalussa

Opinnäytetyö
Toukokuu 2018



OPINNÄYTETYÖ
Toukokuu 2018
Kone- ja tuotantotekniikan koulutus-
ohjelma

Karjalankatu 3
80200 JOENSUU
p. (013) 260 600

Tekijä(t)
Jani Niemi ja Roni Rasi

Nimeke
Huokoisuuden säätäminen metallien ruiskuvalussa

Toimeksiantaja
Karelia-amk

Tiivistelmä

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena oli tutustua metallinruiskuvalutekniikkaan ja tutkia prosessin vaiheita, jotka vaikuttavat saatavan kappaleen huokoisuuteen. Samalla pyrittiin saamaan aikaan kappaleeseen kohtuullinen mekaaninen lujuus. Työn teoria osassa käydään läpi prosessi ja tutustutaan erilaisiin huokoisuuteen vaikuttaviin tekijöihin. Teorian jälkeen suoritettiin käytännön kokeellinen osuus.

Käytännön kokeissa keskityttiin prosessin sintrausvaiheeseen. Työn tarkoitukseen pääsemiseksi tutkittiin eri lähteitä, suoritettiin käytännön kokeita ja käytettiin paljon kuvia asioiden havainnollistamiseksi. Huokoisuuteen pyrittiin vaikuttamaan sintrauslämpötilan muutoksilla. Lopputuloksia tutkittiin mittaamalla kappaleiden tiheyksiä ja kutistumia. Tämän lisäksi kappaleiden rakennetta tutkittiin mikroskoopin avulla. Tarkoituksena oli suorittaa kappaleille myös koedatan perusteella DOE-analyysi.

Työn lopputulokset eivät täysin vastanneet odotuksia, mutta tulokset olivat jokseenkin johdonmukaiset. Kappaleille onnistuttiin määrittämään sintraukseen vaadittava alaraja lämpötilalle. Lopussa pohdittiin myös sitä mitä olisi voinut tehdä toisin, jotta lopputulokset olisivat olleet kattavammat. Tähän olisi vaadittu enemmän sintrauseriä ja käyttämällä muuttujina useampia parametreja. Työn edistymistä jarrutti valitettavasti jatkuvat konerikot.

Kieli
suomi

Sivuja 40
Liitteet 8
Liitesivumäärä 9

Asiasanat

MIM, ruiskuvalu, huokoisuus, tiheys, sintraus, DOE-analyysi



THESIS
May 2018
Degree Programme in Mechanical Engineering

Karjalankatu 3
80200 JOENSUU
FINLAND
Tel. 358-13- 260-600

Author (s)
Jani Niemi and Roni Rasi

Title
Adjusting porosity in metal injection molding

Commissioned by
Karelia UAS

Abstract

The goal of this thesis was to get familiar with metal injection molding technology and to research its phases that relate to the porosity of the final product while also maintaining a reasonable mechanical strength.

The theory section of this thesis covers the MIM-process and the research of different variables which are connected to the porosity of the product. After the theory section there is the experimental research.

The practical experiments part of the thesis focuses on the sintering phase of the MIM-process. To accomplish the set goals, this thesis includes many various sources, comprehensive experiments and a lot of pictures to visualize things. The aim is to mainly try to affect the porosity of the product via sintering temperature. Results of the experiments will be studied through measurements of density and shrinkage and also by interpreting the structure of the products by using a microscope.

Results of the experiments weren't quite what was expected, and the data was somewhat consistent. It was managed to set the bare minimum to the sintering temperature in which the process was successful. In the end of this thesis there is thoughts about what should have been done differently so that the results would have been more comprehensive. This would have been accomplished by getting more sintering batches through the process and using more variables in the experiments. Unfortunately, the progress of the research was constantly delayed by machinery breakdowns.

Language

Finnish

Pages 40

Appendices 8

Pages of Appendices 9

Keywords

MIM, injection molding, porosity, density, sintering, DOE-analysis

Sisältö

Tiivistelmä

Abstract

1	Kirjallinen osa	1
1.1	Johdanto	1
1.2	Metalliruiskuvalu	2
1.3	Huokoisuus	4
1.4	Huokoisuuteen vaikuttavia tekijöitä	6
1.5	Materiaalit	7
1.5.1	Metallit	7
1.5.2	Sideaineet	9
1.6	Sintraus	9
1.7	DOE-analyysi	10
2	Kokeellinen osuus	11
2.1	Lähtökohtia käytännön tutkimukseen	11
2.2	Ruiskuvalu	12
2.3	Sideaineen poisto	14
2.4	Koekappaleiden mittaus	17
2.4.1	Ensimmäinen sintrauserä	18
2.4.2	Toinen sintrauserä	20
2.4.3	Kolmas sintrauserä	21
2.4.4	Neljäs sintrauserä	22
2.4.5	Viides sintrauserä	22
2.4.6	Sintrauksen jälkeiset mittaukset ja kutistuman laskeminen	23
2.5	Tiheyden mittaus ja -laskenta	27
2.5.1	Tiheyden laskenta	30
2.6	Kuudennen sintrauserän yhteenveto	32
2.7	Tiheyslaskelmat tilavuuden mukaan	35
2.8	DOE-analyysi	37
3	Pohdinta	38

Liitteet

1 Kirjallinen osa

1.1 Johdanto

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena oli perehtyä sintrausparametreihin ja niiden vaikutuksiin metalliruiskuvalussa saadun kappaleen huokoisuuteen, siten että kappale säilyttää myös hyväksyttävän mekaanisen lujuuden. Työssä käytiin läpi valmistusmenetelmään liittyviä seikkoja, jotka vaikuttavat tuotteen huokoisuuteen ja miten sitä voidaan säätää. Työn tilasi Karelia-ammattikorkeakoulun opettaja Kari Mönkkönen. Koululla oli käytetty metalliruiskuvalua aikaisemmin ja tässä opinnäytetyössä haluttiin perehtyä nimenomaan ruiskuvalussa saatavien tuotteiden huokoisuuteen vaikuttaviin tekijöihin, ja siihen miten sitä voidaan säätää ilman että mekaaninen lujuus häviää kappaleesta. Huokoisuuteen vaikuttavia tekijöitä on hyvin monia. Tässä työssä päätettiin, että keskitytään lähinnä sintrausparametreihin ja niiden vaikutuksiin, sillä ne ovat hyvin merkittäviä tekijöitä ja niiden tutkimiseen ei tarvitse tehdä erillisiä sijoituksia kuten esimerkiksi keskittyessä materiaaleihin.

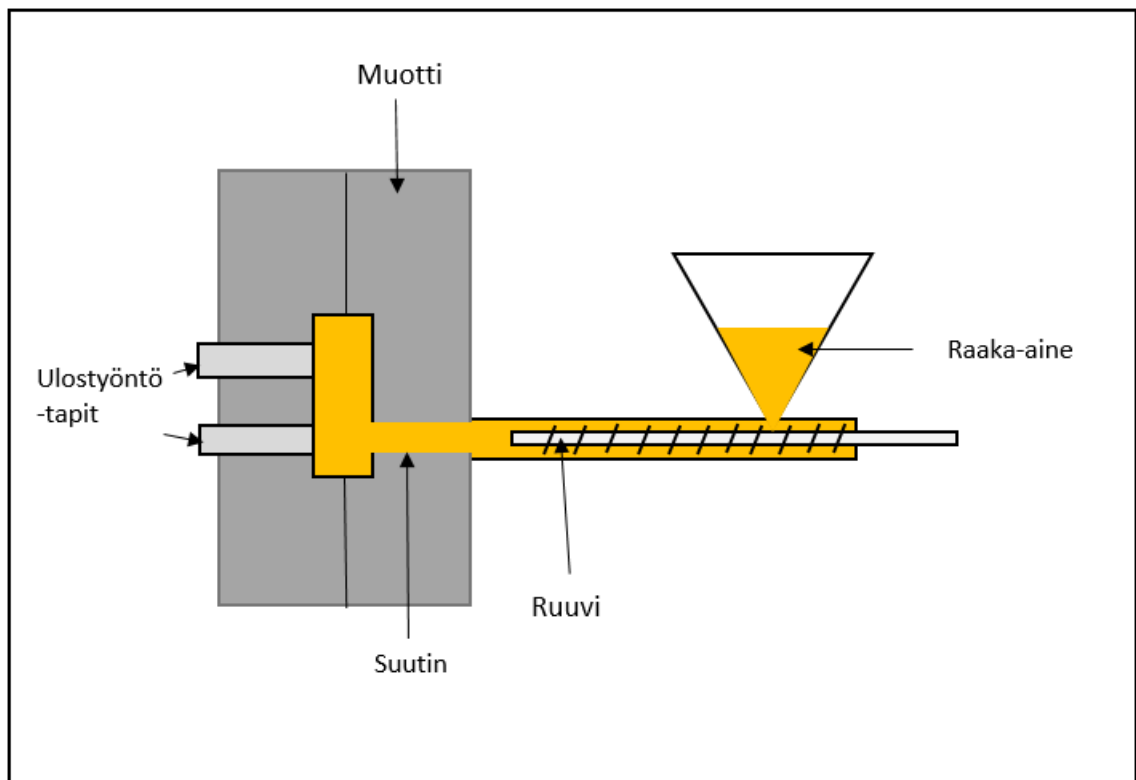
Metalliruiskuvalu on valmistusmenetelmänä mielenkiintoinen, sillä menetelmä on suhteellisen tuore tapa valmistaa tuotteita metallista ja se tarjoaa erityistä tarkkuutta ja erinomaista tuotantotehokkuutta. Metalliruiskuvalu on omiaan erityisesti pienien ja monimutkaisten tuotteiden valmistuksessa. Metalliruiskuvallettuja tuotteita käytetään laajasti mm. lääketieteellisissä-, hammaslääketieteellisissä-, ase-, avaruus- ja autoteollisuudessa. Se tarjoaa tuotteille erityisiä fysikaalisia-, mekaanisia-, lämpötekniisiä-, sähkötekniisiä- ja akustisia ominaisuuksia.

Metalliruiskuvalu perustuu vanhaan ja suosittuun tekniikkaan, jolla valetaan muoveja. Mikä erottaa metalli- ja muoviruiskuvalun toisistaan on se, että toisin kuin muoveja ruiskuvalaessa metalli ei ole sulassa tilassa ruiskuvaluprosessin aikana.

Tämän lisäksi metalli vaatii jälkikäsittelyprosessin ennen kuin voidaan puhua valmiista ruiskuvalutusta metallituotteesta. Ruiskuvaluprosessin helppous, nopeus ja tarkkuus ovat sen suurimmat valttikortit tuotantotekniikkana.

1.2 Metalliruiskuvalu

Metalliruiskuvalulla tarkoitetaan metallin työstömenetelmää, jossa hienoon metallijauheeseen sekoitetaan sidosainetta (kuten muovia), josta saadaan raaka-ainetta, jota pystytään prosessoimaan ruiskuvalukoneilla. Metalliruiskuvalussa raaka-aine ei ole sulassa tilassa niin kuin muovissa, sillä metallin sulattamiseen vaadittava lämpötila toisi ongelmia valamisprosessiin. Tämän vuoksi raaka-aine koostuu metallijauheesta sekä siihen sekoitetusta sideaineesta. Raaka-aineen metallijauheena voidaan käyttää esimerkiksi ruostumatonta terästä, nikkeliä, alumiinia, kuparia, titaania, volframia ja niiden seoksia. Ruiskuvalumenetelmää havainnollistaa kuva 1.



Kuva 1. Ruiskuvalukoneen toiminta [1] (muokattu 9.4.2018).

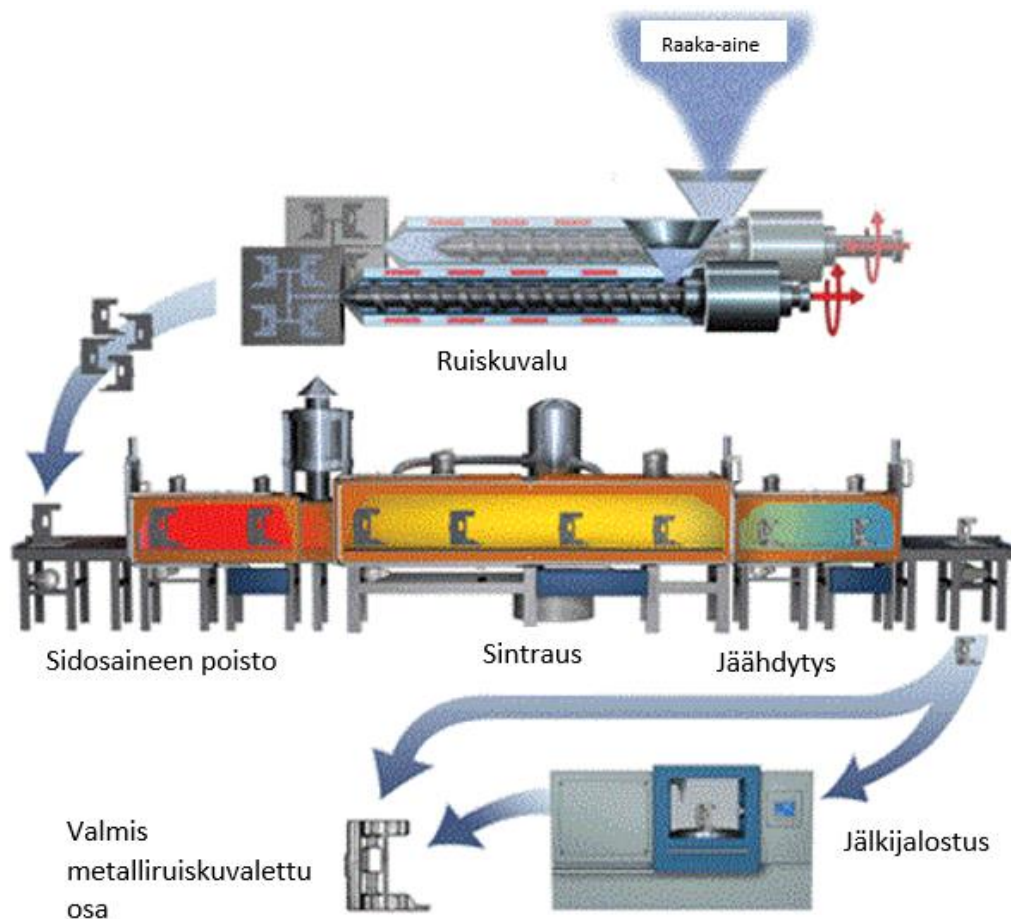
Ruiskuvalussa raaka-aine syötetään suppiloon, josta se siirtyy ruuville. Ruuvilla raaka-aine lämmitetään juoksevaksi aineeksi. Ruuvilta se siirtyy suuttimeen, jonka kautta materiaali ruiskutetaan yhteen puristettuun muottiin. Muottiin kohdistetaan ruuvin avulla tarpeeksi iso paine sekä jälkipaine, jotta materiaalia täyttää muotin ja ottaa muotin mukaisen tarkan muodon. Muotissa raaka-aine jähmettyy ja asettuu muotoonsa. Materiaalin kovetetuttua muotti aukaistaan ja tuote poistetaan muotista siihen sijoitettujen ulostyöntö tappien avulla.

Mikäli ruiskuvalettu tuote olisi muovia, lähtisi kappale jäysteiden poistoon ja jälkikäsittelyyn. Metalliruiskuvalussa tässä vaiheessa tuotoksena on ns. vihreä kappale. Vihreä kappale on hauras tuotos, joka koostuu kasaan painetusta raaka-aineesta, jota sidosaine pitää kasassa. Vihreästä kappaleesta tulee tämän jälkeen poistaa ylimääräinen sidosaine. Sidosaine voidaan poistaa usealla eri keinolla, kuten esimerkiksi liuottamalla n. 50–70 °C vedessä (vesiliukoisille sidosaineille), uunissa, tai typpihapon avulla. Tulokseksi saadaan ns. ruskea kappale. Seuraavaksi ruskea kappale asetetaan uuniin sintrausta varten, jossa se kutistuu ja lujittuu. Sintrauksessa vaikutetaan tuotteen ominaisuuksiin ja tämän vuoksi sintrausjakson parametrit tulee määrittää tuotteen käyttötarkoituksen mukaisiksi. Sintrauksen aikana tapahtuva kutistuma on todella tärkeä ottaa huomioon metalliruiskuvaletun tuotteen kehityksessä. Kutistumaa havainnollistaa kuva 2.



Kuva 2. Kutistuma sintraamattoman ja täysin sintratun kappaleen välillä

Tämän jälkeen kappale on valmis. Kappale voidaan toki laittaa vielä jälkikäsiteltäväksi käyttötarkoitusten mukaisesti. Sintrattu kappale voidaan esimerkiksi passivoida, jotta kappaleesta saadaan korroosion kestävä. Kuvassa 3 näkyy tiiviisti koko metalliruiskuvaluprosessi.

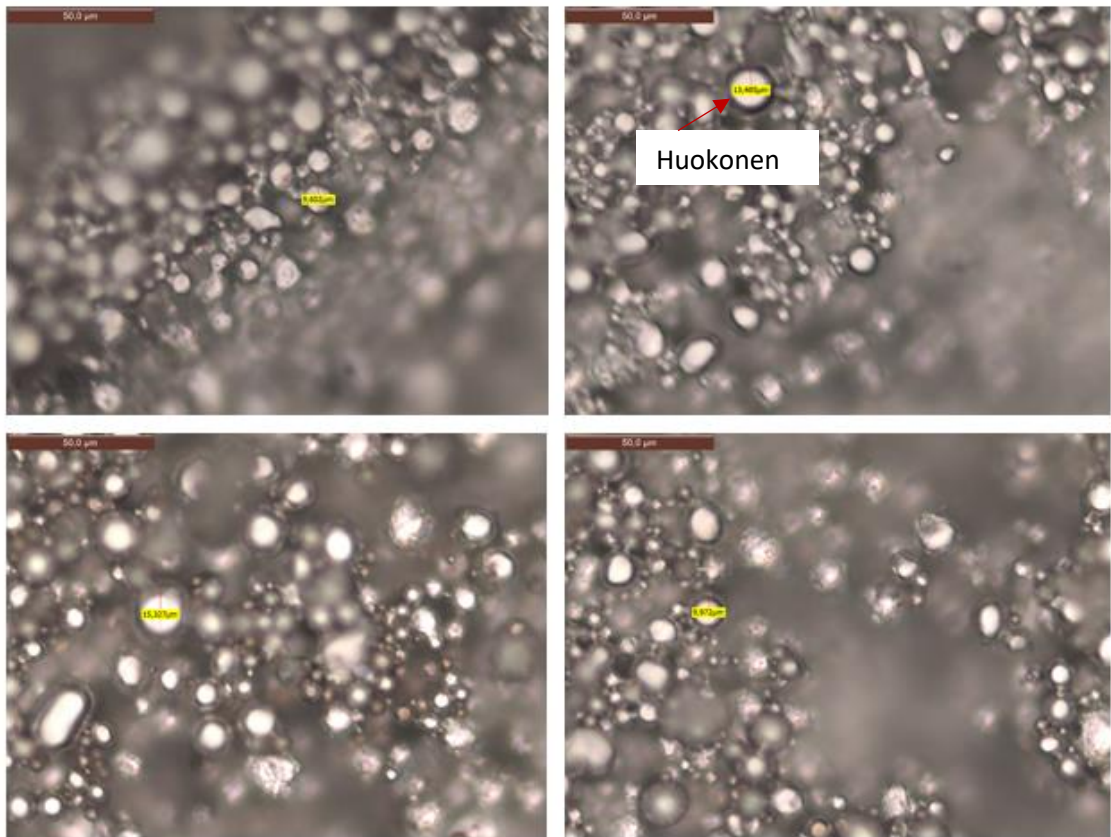


Kuva 3. Metalliruiskuvaluprosessi [5] (muokattu 9.4.2018).

1.3 Huokoisuus

Ruiskuvalettu metallikappale on huokoisempi kuin perinteisimmillä menetelmillä valettu kappale, joka johtuu metallipulverin ja sidosaineen välisestä siteestä. Kun "vihreästä" kappaleesta poistetaan ylimääräinen sidosaine, se jättää jälkeensä huokosia, josta täyttävä sidosaine on poistettu. Sidosaineen poistossa voidaan

käyttää lämmintä vettä, happoa (poistaa sidosaineen katalyytin avulla), liuottimia, kuten asetonia ja heptaania, sekä uunia, johon syötetään typpikaasua. Vaikka sintrauksella pyritään tiivistämään kappaleen rakennetta, kappale voidaan jättää jossain määrin huokoiseksi. Kappaleen huokoista rakennetta havainnollistaa kuva 4. Huokoisuutta säätelemällä pyritään muokkaamaan ruiskuvaletun kappaleen ominaisuuksia, kuten kestävyyttä, kovuutta ja hintaa, jotta se soveltuu parhaiten sen käyttötarkoitukseen.



Kuva 4. Mikroskooppikuvia kappaleen huokosista

Huokoisuudella tarkoitetaan sitä, kuinka tiheään kappaleen materiaali on pakkaantunut. Huokoisuudella mitataan materiaalin sisältämiä tyhjiä "onkaloita" joiden suuruus metalliruiskuvalussa vaihtelee noin puolesta mikrometristä viiteen mikrometriin. [10, s. 359]

1.4 Huokoisuuteen vaikuttavia tekijöitä

Huokosten kokoon ja niiden määrään vaikuttaa oleellisesti metallipulverin kanssa käytetty sidosaine. Sidosaineina käytetään mieluummin vesiliukoisia ja orgaanisia aineita, kuten sokeria, suoloja tai polymeerejä. Sidosaineelle on myös monia muita vaatimuksia, kuten esimerkiksi pyöreä muoto, eri partikkelikokojen saataavuus (suolaa käyttäessä sidosaineena, suurempi kidekoko saa aikaan huokoisemman kappaleen), jäykkyys, lämmönsietokyky, reagoimattomuus metallipulveriin, hinta ja turvallisuus. [10, s. 355] Sidosaineen poistossa voidaan mahdollisesti myös vaikuttaa kappaleen huokoisuuteen, esimerkiksi lisäämällä vesiliuottimeen suolaa.

Huokoisuuteen vaikuttaa olennaisesti myös metalliruiskuvalun loppuvaiheessa tehtävä sintraus. Sintraukseen käytettävä aika ja lämpötila ovat oleellisia tekijöitä kappaleen huokoisuuden kannalta. Parametrit kannattaa valita sintrattavan kappaleen materiaalin ja käyttötarkoituksen mukaisesti. Kappaleelta vaadittavien ominaisuuksien mukaan sintrausta voidaan esimerkiksi lyhentää hieman, että kappaleesta saadaan huokoisempi tai vaikka laskea sintrausjakson pitolämpötilaa.



Kuva 5. Sintrausuuni Karelia-ammattikorkeakoululla

Oheisessa taulukossa 1. havainnollistetaan sintrauslämpötilan vaikutuksia kappaleen ominaisuuksiin tiheyden osalta.

Taulukko 1. Metalliseoksen tiheys eri sintrauslämpötiloilla [6] (muokattu 9.4.2018).

	Tiheys sintrauksen jälkeen (750 °C)	Tiheys sintrauksen jälkeen (1000 °C)	Tiheys sintrauksen jälkeen (1250 °C)
Koekappaleen tiheys (gm/cm ³)	5,221	5,433	5,825

Testissä käytetystä materiaalista tehdyssä kiinteässä työkalussa tiheys on ollut 9,87 gm/cm³

1.5 Materiaalit

1.5.1 Metallit

Kuten aikaisemmin on mainittu, metalliriskuvalussa voidaan käyttää useita eri materiaaleja. Materiaaleilla on omat erityispiirteensä ja käyttötarkoituksensa. Metalliriskuvalussa käytettävät materiaalit ja käyttötarkoitukset ryhmitellään seuraavan listan mukaisesti:

- ruostumaton teräs:
 - käytetään esimerkiksi sairaalatekniikassa, elektroniikassa, urheilutavaroissa, ilmailu- ja avaruustekniikassa sekä kuluttajatuotteissa - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o 17-4PH (lujuus ja lämpökäsiteltävyys)
 - o 316L (korroosionkesto, sitkeä, ei magnetisoidu)
 - o 420 & 440C (kovuus, kulutuksen kesto, lämpökäsiteltävä)
 - o 310 (korroosion- ja lämmönkesto)
- niukkaseosteiset teräkset:
 - käytetään rautatavaroissa, laakeroinneissa, liukupinnoilla, kuluttajatuotteissa sekä koneiden osissa - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o 1000- sarja (pintakarkeneva)
 - o 4000- sarja (yleiskäyttöön)
 - o 52100- sarja (korkea kulutuksen kesto)
- työkaluteräkset:

- käytetään puu- ja metallityöstöön tarkoitettujen työkalujen valmistukseen
- seoksia ja ominaisuuksia:
 - o M2/M4 (kovuus 61–66 HRC)
 - o T15 (kovuus 63–68 HRC)
 - o M42 (kovuus 65–70 HRC)
 - o S7 (kovuus 55–60 HRC)
- titaani:
 - käytetään sairaalatekniikassa, ilmailu- ja avaruustekniikassa sekä kuluttajatuotteissa
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o Ti (kevyt)
 - o Ti-6Al-4V (kevyt ja korkea lujuus)
- kupari:
 - käytetään elektroniikka- ja lämmönhallintatuotteissa
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o Cu (hyvä lämmön- ja sähkönjohtavuus)
 - o W-Cu ja Mo-Cu (hyvä lämmönjohtavuus ja pieni lämpölaajeneminen)
- magneettiset seokset:
 - käytetään elektroniikkatuotteissa, solenoideissa, käämeissä ja releissä
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o Fe-3 % Si (matala hystereesihäviö ja korkea resistiivisyys)
 - o Fe-50 % Ni (korkea permeabiliteetti ja matala jäännösmagneettisuus)
 - o Fe-50 % Co (korkein magneettinen saturaatio)
- volframi:
 - käytetään militaristisissa tuotteissa, elektroniikkatuotteissa ja urheilutarvikkeissa
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o W (korkea tiheys)
 - o W raskas seos (korkea tiheys ja iskusitkeys)
- kovametallit:
 - käytetään tuotteissa, jossa syntyy leikkausta ja kulmista.
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o WC-5Co (korkeampi kovuus)
 - o WC-10Co (korkeampi iskusitkeys)
- keraamit:
 - käytetään kun tarvitaan kulutuksenkestoa: suuttimissa ja holkeissa.
 - seoksia ja ominaisuuksia:
 - o Alumiinioksidi (yleiskäyttöinen)
 - o Zirkoniumoksidi (kova kulutuksen kesto)

1.5.2 Sideaineet

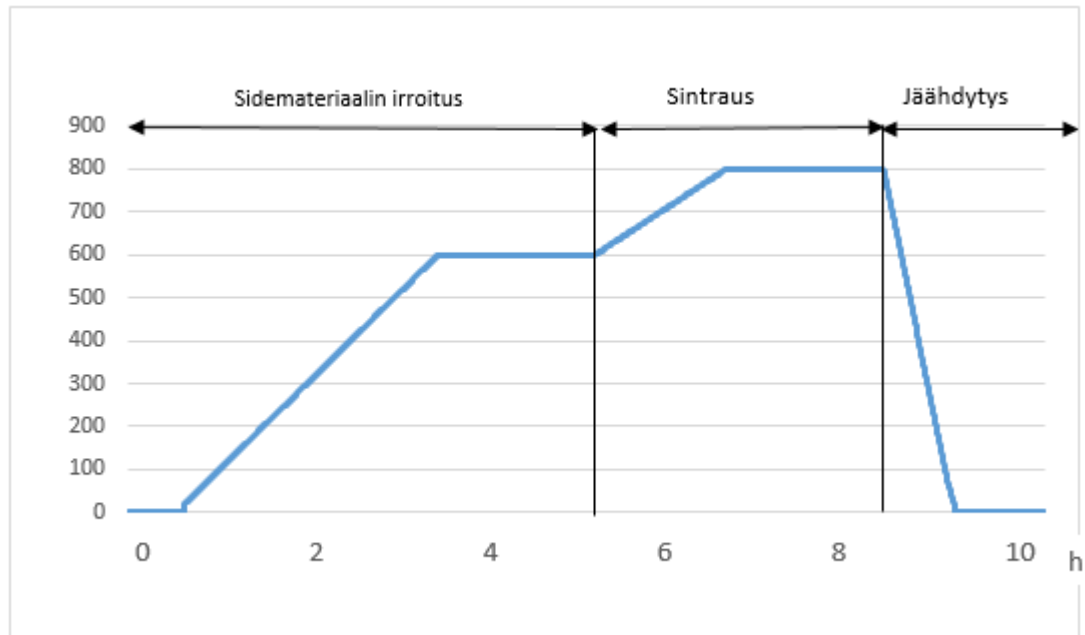
Metalliruiskuvalussa yleisimmin käytetyt sideaineet ovat mm. polyeteeni, polypropeeni, polyasetaali, agar, selluloosa, PEG-PMMA ja suola.

Sideaineen tyyppi määrittää sen poistossa käytettävä prosessin:

1. Kun sideaineena käytetään polyeteeniä tai polypropeenia ja sen kanssa synteettistä- tai luonnonvahaa ja steariinihappoa, sideaine poistetaan polttamalla.
2. BASF SE:n kehittämä Catamold-sideainejärjestelmä on polyasetaali-pohjainen. Polyasetaali poistetaan kappaleista katalyyttisesti hajottamalla.
3. Nesteeseen liukenevat sideaineet, kuten agar, selluloosa ja PEG-PMMA, poistetaan liuottamalla [9, s. 11].

1.6 Sintraus

Sintrauksessa kappale asetetaan tyhjiöuuniin, johon syötetään argonia, typpeä tai vetyä suojakaasuksi, joka estää kappaleen hapettumisen sintrauksen aikana. Sintrauksen tarkoituksena on saada kappale tiivistymään lopulliseen muotoonsa. Sintrausohjelma alkaa sillä, että sintrausuuni lämmitetään hallitusti tiettyyn lämpötilaan ja pidetään siinä vähän aikaa, jossa suurin osa jäljellä olevasta sidosaineesta poistuu. Sintrauslämpötila vaihtelee käytettävien materiaalien mukaan. Kun lämpötilaa nostetaan tästä pisteestä ylöspäin, tapahtuu varsinainen kappaleen sintrautuminen. Sintrausuunissa kappaleen rakenne tiivistyy ja huokokset kuitistuvat. Tämä tapahtuu diffuusioksi kutsutussa ilmiössä, jossa kappaleen molekyylit pyrkivät liikkumaan kappaleeseen kohdistuvan lämmön vuoksi. Molekyylien liike pyrkii tasoittamaan kappaleen sisäisiä pitoisuuseroja. Tätä liikettä kutsutaan lämpöliikkeeksi, joka tunnetaan myös Brownin liikkeenä [12]. Sintrausvaiheen jälkeen alkaa kappaleen jäähdytys, joka tapahtuu ohjelmassa määritetyllä tahdilla. Yhteensä koko sintraus voi kestää muutamasta tunnista jopa 64 tuntiin.



Kuvio 1. Esimerkki sintrausjaksosta

1.7 DOE-analyysi

DOE-analyysillä, eli Design Of Experiments – analyysillä (koesuunnittelu) suunnittelu tarkoitetaan erilaisilla kokeilla saadun datan käsittelyä. DOE-analyysiä varten ohjelmaan syötetään useita eri muuttujia ja koe-erien tulokset, joiden avulla ohjelma laskee tiettyä matemaattista kaavaa hyväksi käyttäen parhaat mahdolliset arvot saavuttaakseen halutun lopputuloksen. Käsittelyssä saadaan aikaan havainnollistavaa dataa, jonka avulla voidaan ennustaa kokeeseen liittyviä tuloksia ja näin optimoimaan kokeen suorittamisen tehokkuutta, jotta päästään haluttuun tavoitteeseen.

DOE-analyysi voidaan suorittaa tietokoneohjelmistoilla. Tässä työssä käytettiin Minitab 17-ohjelmaa. Minitab on statistiikkatyökalu, jolla pystytään suorittamaan mm. DOE-, Graafisia-, mittaus- sekä suorituskykyanalyyseja. Minitab-ohjelmalla voidaan havainnollistaa kokeiden tuloksia esimerkiksi taulukoilla ja diagram-

meilla, analysoida useita eri asioita (esimerkiksi muuttujia, taantumaa, suorituskykyä jne.), hakea optimaalisia arvoja kokeille ja suorittaa matemaattisia simulaatioita.

2 Kokeellinen osuus

2.1 Lähtökohtia käytännön tutkimukseen

Kerättyjen tietojen perusteella käytännössä tutkittiin sintrauslämpötilan ja keston vaikutusta kappaleen huokoisuuteen. Edellä mainittiin monia huokoisuuteen vaikuttavia tekijöitä. Valitettavasti resurssien rajallisuuden takia jouduttiin keskittymään vain sintrausjakson parametrien muokkaamiseen. Resurssien puitteissa sintrausjaksojen määrä rajautui 4-6 jaksoon. Tutkimuksessa tuotettiin koe-eriä erilaisilla sintrausparametreilla ja kappaleet tutkittiin koulun mahdollistamalla tutkimusvälineillä, kuten mikroskoopilla ja mittaamalla kappaleiden tiheyttä nosteen, ja tilavuuden avulla. Jotta saataisiin testierien data hyödynnettyä mahdollisimman tehokkaasti, tutkimuksesta pyrittiin myös tekemään DOE-analyysi.

Koska työssä keskityttiin lähinnä eri sintrausparametrien vaikutuksiin kappaleen huokoisuudessa, eikä materiaalien ominaisuuksiin, materiaaliksi valittiin 316L. Valettavan materiaalin sideaineena toimi vesiliukoinen polymeeri, josta mainittiin hieman tämän työn sivulla 7. Materiaalista päädyttiin valmistamaan koepuikkoja.

Ruiskuvalamisen jälkeen kappaleet punnittiin, sekä mitattiin koordinaattimittakoneella. Tämä oli välttämätöntä, jotta saatiin määritettyä kappaleeseen kohdistuva prosessissa aiheutuva kutistuma ja painon pudotus. Painon pudotus oli erityisen tärkeässä osassa, sillä sen avulla pystyttiin sanomaan, onko kappaleen sideaineen poisto onnistunut.

Materiaalin sisältämän vesiliukoisien sideaineen vuoksi sideaineen poistossa käytettiin lämmitettyä ionisoitua vettä. Vesi lämmitettiin noin 60°C lämpötilaan, jonka jälkeen koekappaleet asetettiin lämmitettyyn vesiastiaan noin kahdeksaksi tunniksi. Liuottamisen jälkeen kappaleet siirrettiin kuivausuuniin taas noin kahdeksaksi tunniksi, jonka lämpötila oli lähes 90°C.

Jotta vähäisistä sintrausjaksojen määrästä saatiin mahdollisimman paljon dataa irti, kyseiselle materiaalille päätettiin selvittää sintrauksen alaraja. Alarajalla tarkoitetaan alhaisimpia sintrausarvoja, joilla koekappaleet sintraantuu. Sintraukselle päätettiin seuraavat arvot: sintrauslämpötila 750 °C, jossa kappaleita pidettiin 2 tuntia. Lämmittäminen tähän kyseiseen lämpötilaan tapahtui 5°C/min.

Sintrauksen jälkeen kappaleiden tiheydet mitattiin käyttämällä hyväksi kappaleiden nostetta etanolissa. Tämä tapahtui siten, että kappaleiden painot mitattiin ilmassa tarkkuusvaa'alla, jonka jälkeen mitattava kappale laskettiin etanoliastiin, joka oli sijoitettu vaa'an päällä olevalle telineelle. Kappaleiden paino mitattiin etanolissa, jotta saatiin otettua ylös kappaleiden painojen erotus ilmassa mitatun ja etanolissa mitatun painon välille. Tämän jälkeen kappaleiden tiheydet pystyttiin laskemaan käyttämällä hyväksi etanolin tiheyttä. Tiheyden laskemisen jälkeen kappaleiden rakenteita tutkittiin vielä mikroskoopin avulla.

Kappaleiden tiheyden mittaamisen jälkeen laadittiin vielä DOE-analyysi. Kokeissa kerätty data syötettiin analyysiin, jotta pystyttiin selvittämään, millä parametreilla saataisiin optimaaliset lopputulokset kappaleiden ominaisuuksia ajatellen.

2.2 Ruiskuvalu

Ruiskuvalamiseen käytettävissä oli KraussMaffei KM80-160/55CZ Multinject-ruiskuvalukone (Kuva 6).



Kuva 6. Ruiskuvalukone

Ruiskuvalukoneeseen syötettiin 316L granulaattia, jonka kone lämmitti asteittain noin 180°C. Ruuvi työnsi sulan materiaalin muottiin, jonka lämpötila oli noin 60°C. Ruiskuvalussa olennaista oli myös määrittää ruiskutuspainet materiaalin mukaan. Tässä tapauksessa ruiskutuspaineksi asetettiin 160bar, jota seurasi ruuvin materiaalisyötön lopussa tehtävä jälkipaine, joka oli 11bar kymmenen sekunnin ajan. Ruuville asetettiin ulostyöntömitta, joka käytännössä määrittä syötettävän materiaalin määrän. Kyseisen mitta asetettiin 18,1mm, jota seurasi jälkipaineen muodostamiseen tarvittava 3mm:n liike. Valuasetuksiin kuului myös asettaa muotin asetukset, mutta näillä ei ole niin paljoa merkitystä materiaaliteknisesti, tai valujäljen kannalta. Ruiskuvaluprosessin tuotteena saatiin kuvan 7 mukaisia koekappaleita.



Kuva 7. Koekappaleet

Kappaleista poistettiin kuvassa 7 näkyvä kapea valukanava, jotta saatiin tasapaksuja koekappaleita. Tämä helpotti mittauksia.

2.3 Sideaineen poisto

Ennen sideaineenpoistoa punnittiin osa erän koekappaleista, jotta pystyttiin määrittämään, mikäli sideaineen poistoprosessi oli onnistunut. Punnitsemiseen käytettiin tarkkuusvaakaa (kuva 8). Sideaineen poiston onnistuminen oli mitattavissa kappaleen painon pudotuksena, joka on materiaalikohtainen. 316L materiaalin kohdalla tämä on 3,6 % painon pudotusta poistoprosessin jälkeen.

Sideaineen poistoon menevistä kappaleista merkittiin kolme kappaletta ja niistä otettiin seuraavat painot ylös:

I: 13, 5358 g

II: 13, 4703 g

III: 13, 6804 g



Kuva 8. Koekappaleen punnitseminen

Kappaleiden punnitsemisen jälkeen ne asetettiin verkkoastiaan ja lämmitettävä vesiallas täytettiin edellä mainitulla ionisoidulla vedellä. Tämän jälkeen vesi lämmitettiin 60°C ennen kappaleiden asettamista altaaseen. Lämpötilan kehittymistä seurattiin elektronisella lämpömittarilla (kuva 9).



Kuva 9. Sideaineen poiston valmistelu

Vesiastian asetettiin akvaariopumppu, joka piti sideaineen poiston aikana veden virtaamassa. Tämä edesauttoi siinä, että kappaleista irtoava kuona-aine ei pakkaantunut yhteen pisteeseen.

Kappaleet olivat sidosaineen poistossa kahdeksan tuntia, josta ne siirrettiin kuivausuuniin toiseksi kahdeksaksi tunniksi. Kuivausuunin lämpötila, jossa kappaleita pidettiin, on nähtävissä kuvassa 10.



Kuva 10. Kuivausuuni

Kuivausjakson jälkeen kappaleet punnittiin uudestaan varmistaaksemme sidosaineen poiston onnistuneen. Kappaleiden painot olivat seuraavat:

I: 13,0257 g, → painosta poistunut 3,769 %

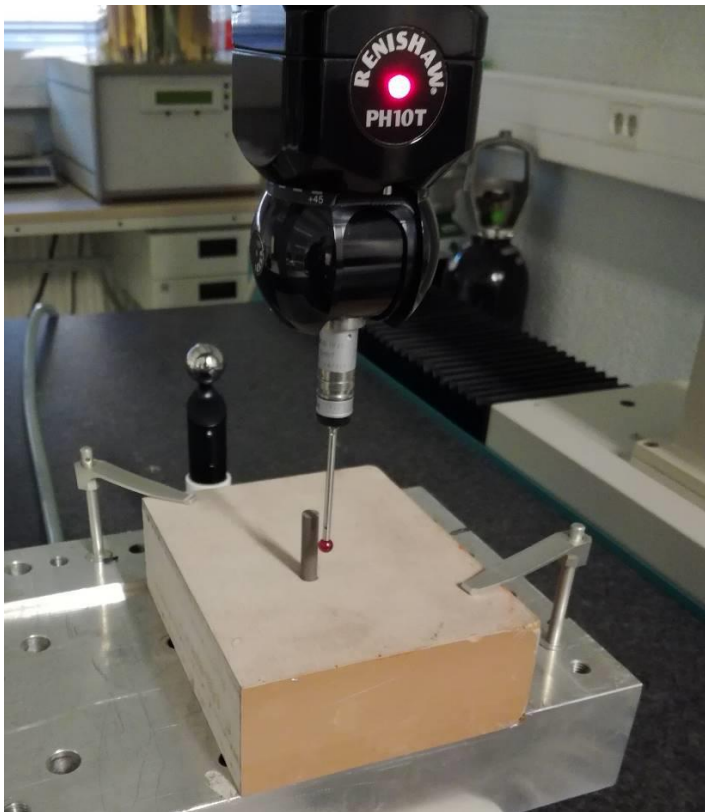
II: 12,9629 g, → painosta poistunut 3,767 %

III: 13,1670 g, → painosta poistunut 3,753 %

Kyseisistä arvoista huomattiin, että sidosaineen poisto oli onnistunut.

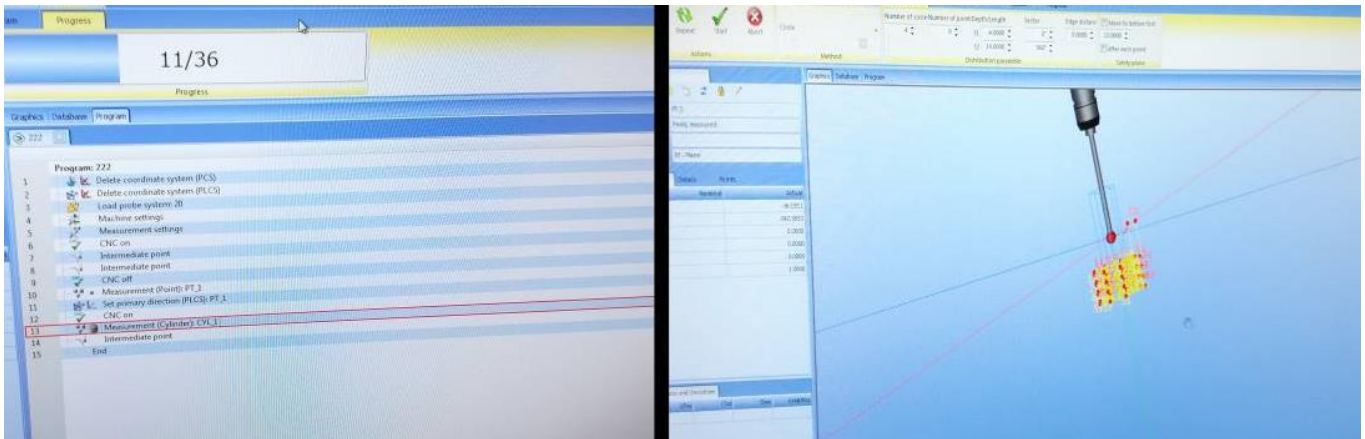
2.4 Koekappaleiden mittaus

Koekappaleiden mittauksessa käytettiin koordinaattimittakoneetta. Mittausta varten tehtiin koekappaleille puinen jigi, jotta kappaleet saatiin asennoitua samalla tavalla joka kerta. Koordinaattimittakoneelle tehtiin mittausohjelma, joka mittasi kappaleen halkaisijan ja pyöreyyden. Itse mittausta varten aiemmin punnitut koekappaleet puolitettiin, jotta sintrauksesta saatiin kattavampaa dataa.



Kuva 11. Kappaleen mittausta koordinaattimittakoneella

Mittausohjelma tehtiin siten, että mittakärki haki ensin kappaleen ylätasoa. Ylätasoa tunnistettuaan, mittakärki siirtyi viisi millimetriä alaspäin, ja siinä tasossa se kiersi kappaleen ottaen yhdeksän pistettä kappaleen pinnasta tasaisin välein. Ensimmäisen kierroksen jälkeen mittakärki siirtyi taas viisi millimetriä alaspäin ja toisti saman kierroksen. Kaiken kaikkiaan mittakärki kävi hakemassa yhdeksän pistettä yhteensä neljästä eri tasosta, aina viiden millimetrin välein.



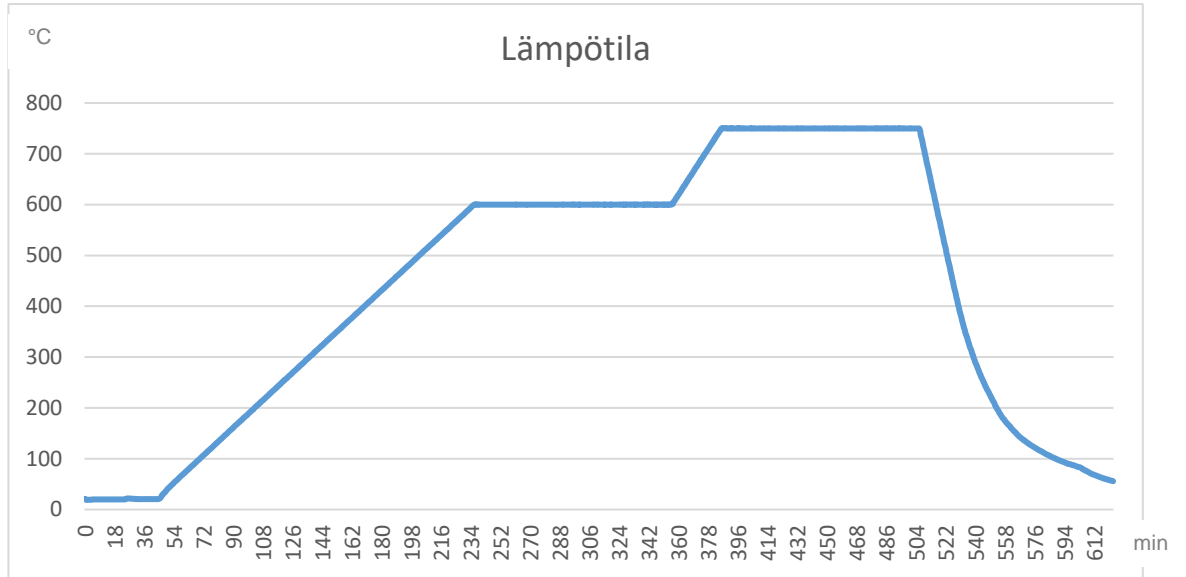
Kuva 12. Mittausohjelma

Mittatulokset löytyvät liitteistä 1-6.

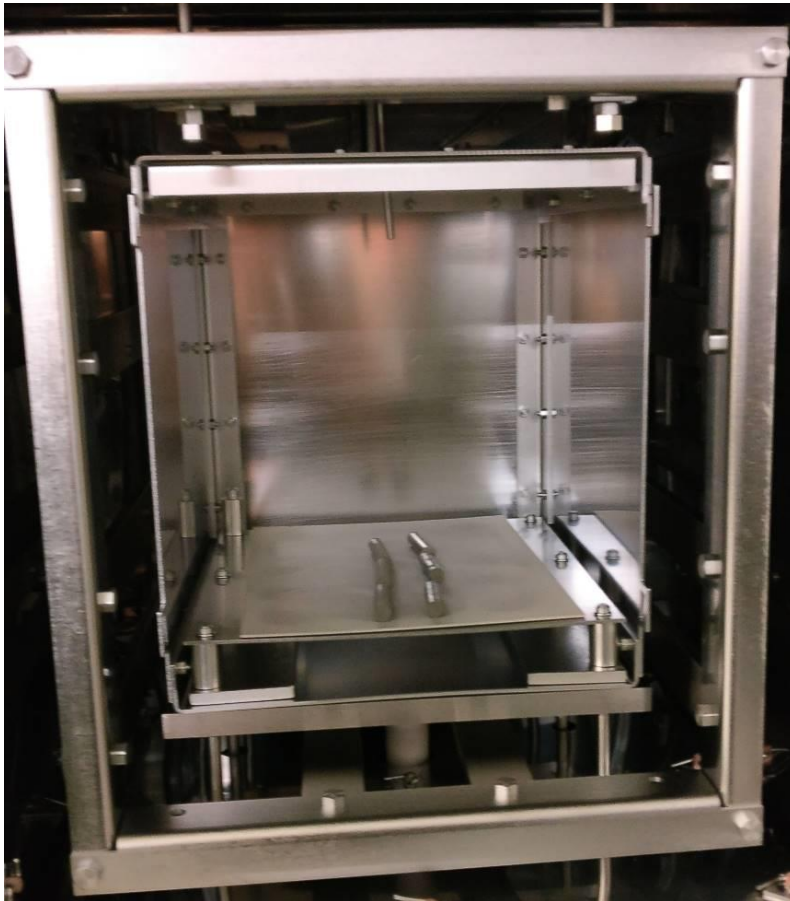
2.4.1 Ensimmäinen sintrauserä

Ensimmäiseksi sintrausparametreiksi valikoitui: lämpötila 750°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 5°C/min, koska haussa oli alin sintrausaika ja – lämpötila. Suojakaasuna sintrausvaiheessa käytettiin vetyä. Kappaleet asetettiin uuniin ja suunniteltu ohjelma ajettiin läpi.

Sintrauksen jälkeen tarkasteltiin lopputulosta ja todettiin, että ensimmäisen koe-erän ajo epäonnistui, koska kappaleet eivät sintraantuneet. Tämä kävi ilmi kappaleiden hauraudesta. Koe-erän liallinen hauraus varmistettiin pudottamalla yksi kappaleista maahan, joka hajosi pudotuksen seurauksena. Johtopäätös ensimmäisestä sintrauksesta oli nostaa sintrauslämpötilaa ja laskea lämmitysnopeutta. Kappaleita ei punnittu sintrauksen jälkeen, koska prosessi epäonnistui.



Kuvio 2. Ensimmäisen sintrauksen lämpötila ajan funktiona

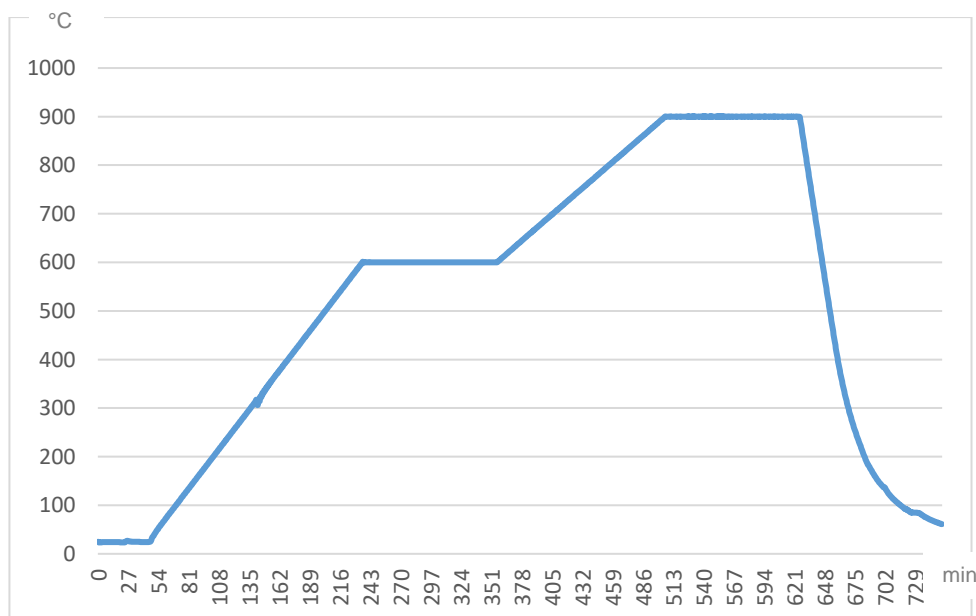


Kuva 13. Kappaleet sintrausuunissa

2.4.2 Toinen sintrauserä

Ensimmäisen ajon perusteella toiseen erään valittiin seuraavat parametrit: lämpötila 900°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 2°C/min. Ohjelma ajettiin läpi ja tuotoksena saatiin onnistunut sintrauskoe-erä. Kappaleet lujittuivat halutulla tavalla ja niiden pintaan jäi huokosia. Kappaleet punnittiin ennen sintrausta ja sintrauksen jälkeen, koska sintrauksessa kappaleesta poistuu loput sideaineesta. Kappaleiden paino putosi keskimäärin 0,222 g sintrauksen aikana. Koekappaleiden painojen välillä oli eroavaisuuksia, johtuen kappaleiden puolituksesta. Painon pudotuksen vaihteluväli oli 0,2112 – 0,2417 g.

Onnistuneen sintrauksen seurauksena kolmannen sintrauserän lämpötilaa päätettiin alentaa, koska haluttiin löytää kappaleen sintrautuvuuden alaraja. Minimialisella sintrautumisella saataisiin todennäköisesti mahdollisimman huokoisin, mutta kuitenkin mekaanista lujuutta omaavan kappaleen.



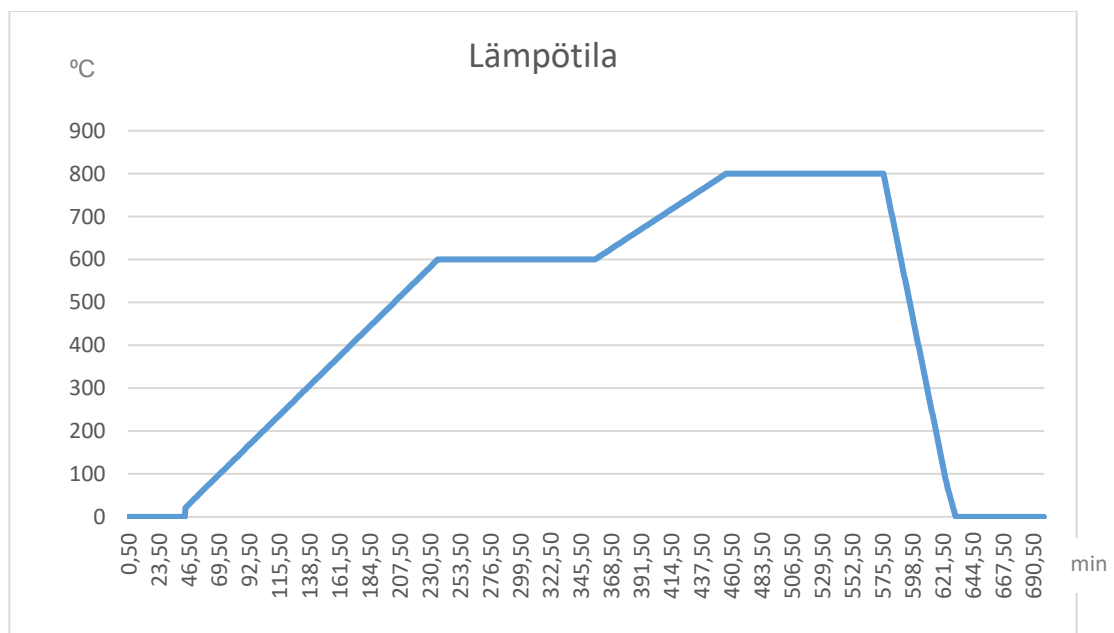
Kuvio 3. Toisen sintrauksen lämpötila ajan funktiona.

2.4.3 Kolmas sintrauserä

Ensimmäisen erän heikko mekaaninen lujuus ja toisen erän hyväksyttävä lujuus aiheutti sen, että seuraavat parametrit asetettiin edellisten sintrausten välistä. Kolmannen erän parametrit suunniteltiin seuraavasti 800°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 2°C/min. Tässä vaiheessa kokeiltiin vieläkin määrittää alinta mahdollista lämpötilaa, jossa kappale sintraantuu.

Sintrausjakso ajettiin läpi ja sintrauksen todettiin epäonnistuneen. Mekaaninen lujuus kappaleissa oli heikko ja tämä todettiin samalla tavalla kuin ensimmäisessä erässä, tiputtamalla yksi kappale lattialle. Kappale halkesi ja tästä pääteltiin, että lujuus ei ole riittävä.

Kolmannen sintrauserän jälkeen todettiin vaadittavien minimiparametrien olevan toisessa sintrauserässä riittävän lähellä. Seuraavaksi välteltiin tekemästä alle 100°C lämpötilamuutoksia, sillä niiden vaikutukset olisivat olleet kappaleen ominaisuuksien kannalta liian mitättömiä. Jotta saatiin vertausdataa, sintrauslämpötilaa päätettiin nostaa seuraavaan erään.



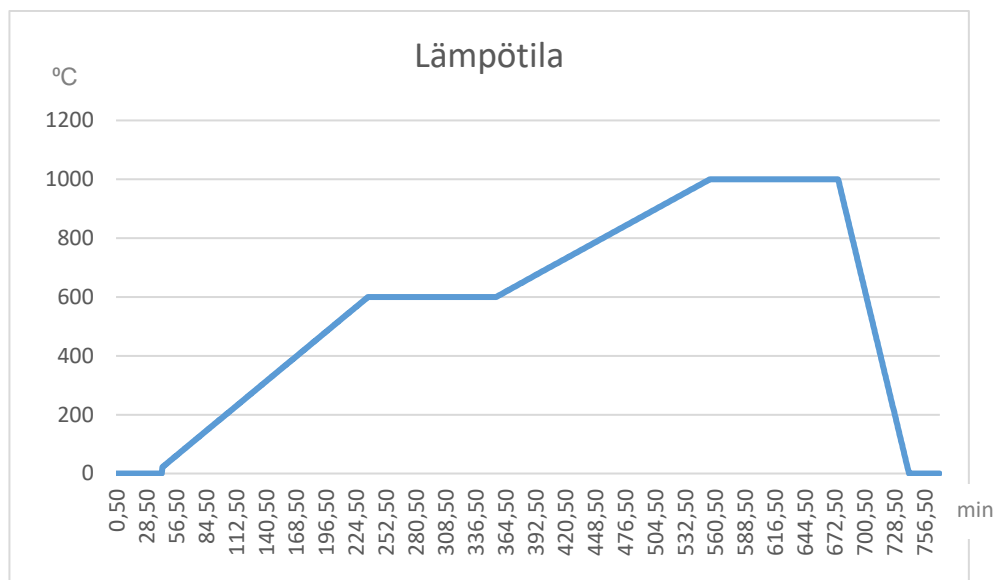
Kuvio 4. Kolmannen sintrauksen lämpötila ajan funktiona.

2.4.4 Neljäs sintrauserä

Neljännellä sintrauserällä haluttiin saada vertailudataa. Lämpötilan nostossa kappaleen huokoisuuden odotettiin laskevan. Samalla kun kappale tiivistyy, sen mekaaninen lujuus kasvaa.

Neljännän sintrauserän parametrit olivat seuraavat: 1000°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 2°C/min. Odotettavissa oli mekaanisesti tarpeeksi luja kappale. Jakson lopputulos oli onnistunut. Silmämääräisesti kappaleet olivat samanlaisia kuin sintrauserässä kaksi. Painon pudotus kappaleiden välillä oli noin 0,22 g. Vaihteluväli painon pudotukselle oli 0,193 g – 0,2527 g.

Samalla vertausdatan hankkimisen perusteella päätettiin ajaa vielä yksi sintrauserä läpi, johon sintrauksen lämpötilaa vielä nostettiin.

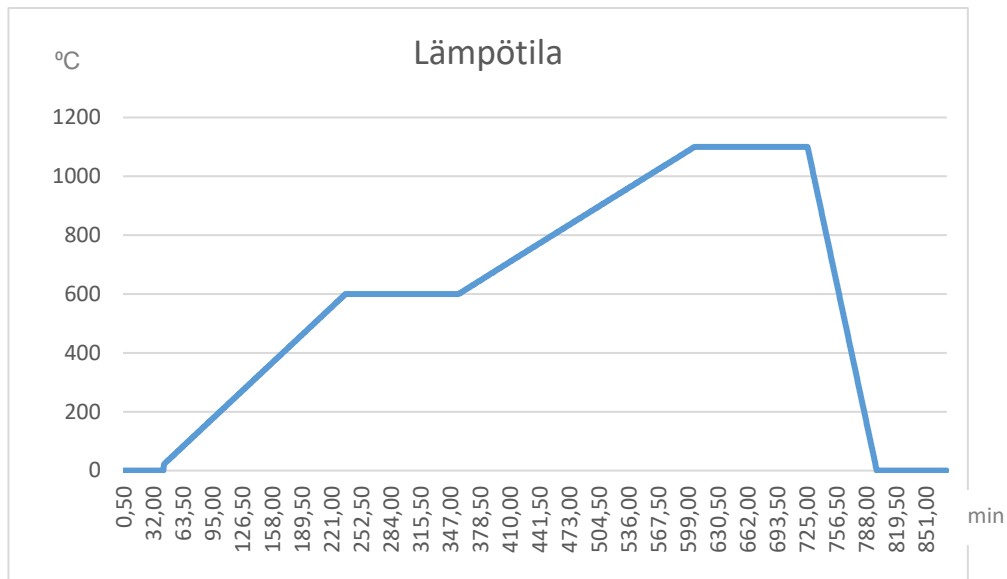


Kuvio 5. Neljännän sintrauksen lämpötila ajan funktiona.

2.4.5 Viides sintrauserä

Viidennen sintrauserän parametreiksi valittiin seuraavat: 1100°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 2°C/min. Jakson lopputulokseksi odotettiin samanlaista kuin

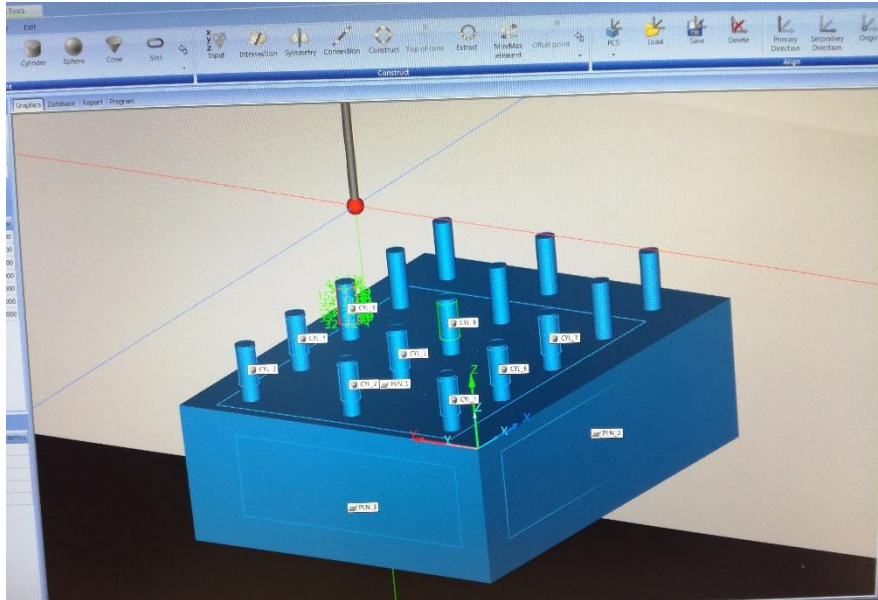
erässä neljä. Kappaleet eivät silmämääräisesti eronneet muista onnistuneista sintrauksista. Kappaleiden lujuus oli riittävä. Painojen pudotus oli keskimäärin noin 0,22 g. Vaihteluväli 0,205 g – 0,2319 g.



Kuvio 6. Viidennen sintrauksen lämpötila ajan funktiona.

2.4.6 Sintrauksen jälkeiset mittaukset ja kutistuman laskeminen

Sintrauksen jälkeen suoritettiin uudet mittaukset koordinaattimittakoneella, jonka avulla nähtiin keskimäärin kappaleiden kutistuma eräkohtaisesti. Tähän erään päätettiin valmistaa samantyyppinen jigi kuin aikaisemmin. Erona aikaisempaan, tähän jigiin kiinnitettiin kerralla jokaisesta sintrauserästä kolme koekappaletta. Jigistä tehtiin myös CAD-malli, jonka avulla pystyttiin tekemään mittausohjelma. Ohjelma mittasi kaikki jigiin kiinnitetyt kappaleet kerralla.



Kuva 14. Mittajigin CAD-malli mittaohjelmassa

Vertailua varten laskettiin sintraamattomien kappaleiden mittauksista halkaisijoiden keskiarvo. Keskiarvoksi saatiin 7,03313 mm. Tämän jälkeen laskettiin sintratujen kappaleiden halkaisijoiden keskiarvot eräkohtaisesti. Arvojen avulla laskettiin eräkohtaiset kutistumat. Tarkemmat mittaustulokset sintratuista kappaleista löytyvät liitteestä 7. Kutistumaa havainnollistaa myös kuva 15.



Kuva 15. Kutistuma sintraamattoman ja täysin sintratun kappaleen välillä

Erä 1.

Kappale 1 Ø: 6,9256 mm

Kappale 2 Ø: 6,9184 mm

Kappale 3 Ø: 6,9398 mm

→ Keskiarvo 6,92793 mm

7,03313 mm - 6,92793 mm = 0,1052 mm

$$\frac{0,1052 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 1,5\%$$

Ensimmäisen erän kutistuma oli noin 1,5 %

Erä 2.

Kappale 1 Ø: 6,8934 mm

Kappale 2 Ø: 6,9201 mm

Kappale 3 Ø: 6,8795 mm

→ Keskiarvo 6,89767 mm

7,03313 mm - 6,89767 mm = 0,13546 mm

$$\frac{0,13546 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 1,9\%$$

Toisen erän kutistuma oli noin 1,9 %

Erä 3.

Kappale 1 Ø: 6,9683 mm

Kappale 2 Ø: 6,9905 mm

Kappale 3 Ø: 6,9324 mm

→ Keskiarvo 6,96373 mm

7,03313 mm - 6,96373 mm = 0,0694 mm

$$\frac{0,0694 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 1\%$$

Kolmannen erän kutistuma oli noin 1 %

Erä 4.

Kappale 1 Ø: 6,7927 mm

Kappale 2 Ø: 6,6459 mm

Kappale 3 Ø: 6,7238 mm

→ Keskiarvo 6,7208 mm

7,03313 mm - 6,7208 mm = 0,31233 mm

$$\frac{0,31233 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 4,4\%$$

Neljännän erän kutistuma oli noin 4,4 %

Erä 5.

Kappale 1 Ø: 6,6364 mm

Kappale 2 Ø: 6,9445 mm

Kappale 3 Ø: 6,5382 mm

→ Keskiarvo 6,70637 mm

$$7,03313 \text{ mm} - 6,70637 \text{ mm} = 0,32676 \text{ mm}$$

$$\frac{0,32676 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 4,6\%$$

Viidennen erän kutistuma oli noin 4,6 %

Yhteenvedona kutistumat olivat odotetut, lukuun ottamatta ensimmäisen ja kolmannen erän tuloksia. Ensimmäinen erä sintrattiin kaikista matalimmalla lämpötilalla, joten sen kuului olla kutistumaltaan pienin. Eron selitti se, että mitta – ja sintrauslämpötilan erot olivat erittäin pieniä ja kappaleiden välillä oli lähtökohtaisesti hyvin pientä vaihtelua. Eroa selitti myös se, että kumpikaan edellä mainitusta eristä ei sintraantunut kunnolla. Suuremmassa mittakaavassa kutistumat olivat odotetun kaltaiset.

2.5 Tiheyden mittaus ja -laskenta

Tiheyden mittaaminen hoidettiin mittaamalla kappaleen nostetta määritetyssä nesteessä. Mittaamisessa nesteenä käytettiin etanolia (99,5 %).

Menetelmä perustuu siihen, että mitattava kappale punnitaan ilmassa, jonka jälkeen kappale upotetaan etanoliin. Kappaleen annetaan olla etanolissa niin pitkään, kunnes neste leviää kappaleen huokosiin ja painon vaihtelu pysähtyy. Tämän jälkeen vaaka näyttää kappaleen painon erotuksen ilmassa punnittuun kappaleeseen nähden, joka kirjataan ylös. Lukemia kirjattaessa otetaan ylös myös sen hetkinen etanolin lämpötila. Nesteen tiheys määritetään valmistajan tarjoamien tietojen avulla. Tiheys vaihtelee suhteessa lämpötilaan. Kun kappaleen paino ilmassa, painoerotus ja etanolin lämpötila on otettu ylös, voidaan laskea kappaleen tiheys.

Kappaleiden mittaaminen aloitettiin perehtymällä prosessiin ja välineistöön. Tässä vaiheessa laskentavaiheen todettiin saavan ylimääräisen työvaiheen, sillä etanolin valmistajan tarjoamassa tiheystaulukossa ei ollut tietoa kyseisestä 99,5 % etanolista. Tästä huolimatta päätettiin käyttää kyseistä nestettä. Kappaleet mitattiin sintrauserittäin.

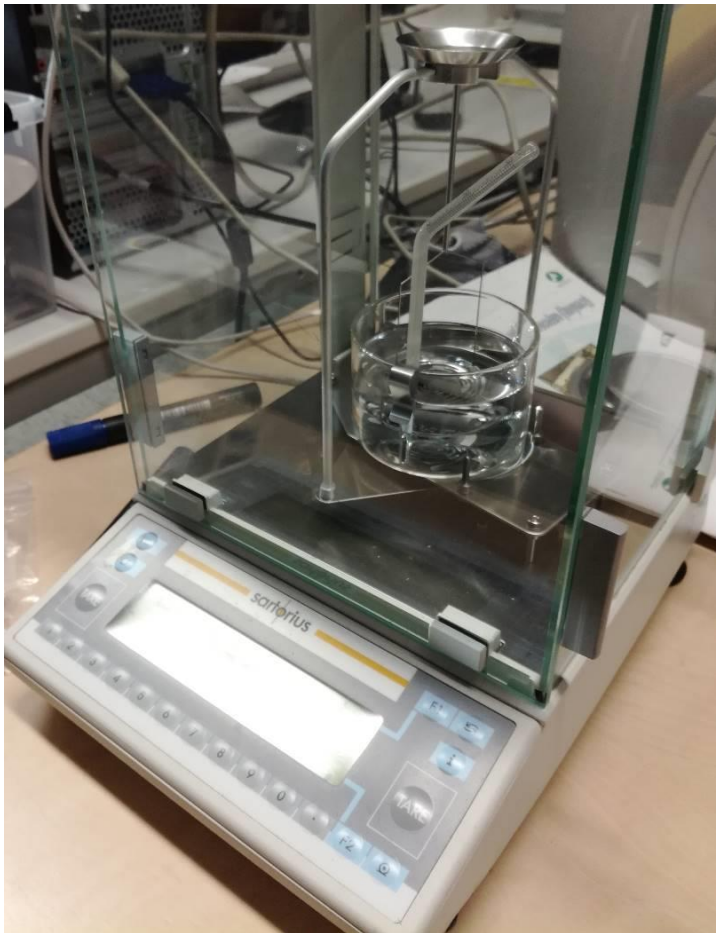


Kuva 16. Välineistö tiheyden mittaamiseen

Vaakalle kasattiin tarvittavat telineet, lämpötilamittari asetettiin lasiastiaan, johon etanoli seuraavaksi kaadettiin. Tämän jälkeen vaakaa kalibroitiin ja mitattava kappale asetettiin telineen päälle sijaitsevalle mittalautaselle, joka näkyy kuvassa 16. Mittalukemien tasoituttua kappaleen paino otettiin ylös, jonka jälkeen vaakaa nolattiin. Tämän jälkeen kappale siirrettiin etanoliastian sisällä olevalle mittalautaselle.

Etanolissa mittaamisen huomattiin vaativan yllättävän paljon aikaa. Etanolin kertyminen koekappaleen huokosiin kesti noin 5-6 tuntia, ennen kuin mittauslukemat tasoittuivat. Tästä syystä ensimmäisen mittauserän jälkeen alettiin käyttää menetelmää, jossa kaikki erään kuuluvat kappaleet mitattiin ensin ilmassa ja nii-

den lukemat otettiin ylös. Tämän jälkeen ensimmäinen mitattava kappale asetettiin vaakaan kalibroinnin jälkeen. Loput erän kappaleista asetettiin erilliseen astiaan, johon kaadettiin etanolia. Kun ensimmäinen kappale oli tarvittavan ajan mittauksessa ja mittaustulokset olivat tasoittuneet, muut erän kappaleet voitiin siirtää vaakaan heti sen nollauksen jälkeen. Mittaluvut tasoittuivat muutamassa minuutissa. Prosessi osoittautui tehokkaaksi tavaksi nopeuttaa mittausta, vaikka tämä tarkoittikin sitä, että yksi vaa'an nollaus jäi välistä ja mitattavien kappaleiden painerot ilmassa ja etanolissa jouduttiin laskemaan käsin.



Kuva 17. Koekappale etanolissa

2.5.1 Tiheyden laskenta

Tiheyden laskentaa varten jouduttiin laatimaan etanolin toimittajan materiaalitietoja hyväksikäyttäen taulukko 99,5 % etanolille sen tiheydestä suhteessa sen hetkiseen lämpötilaan. Lopputuloksena saatiin taulukko 2.

Taulukko 2. Etanolin tiheyden muutos suhteessa lämpötilaan

T/°C	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
19	0,791645	0,79156	0,791475	0,79139	0,791305	0,79122	0,791135	0,79105	0,790965	0,79088
20	0,790795	0,790709	0,790623	0,790537	0,790451	0,790365	0,790279	0,790193	0,790107	0,790021
21	0,789935	0,78985	0,789764	0,789679	0,789593	0,789508	0,789422	0,789337	0,789251	0,789166
22	0,78908	0,788994	0,788908	0,788822	0,788736	0,78865	0,788564	0,788478	0,788392	0,788306

Nesteen tiheystaulukon valmistuttua kaikki tarvittava tieto kappalekohtaisien tiheyksien laskuun oli selvillä.

Suureet sijoitettiin seuraavaan laskukaavaan:

$$\rho = \frac{W(a) * [\rho(e) - 0,0012 \frac{g}{cm^3}]}{0,99983 * G} + 0,0012 \frac{g}{cm^3}$$

Kaavan suureet:

$W(a)$ = Kappaleen massa ilmassa

$W(e)$ = Kappaleen massa etanolissa

$G = W(a) - W(e)$

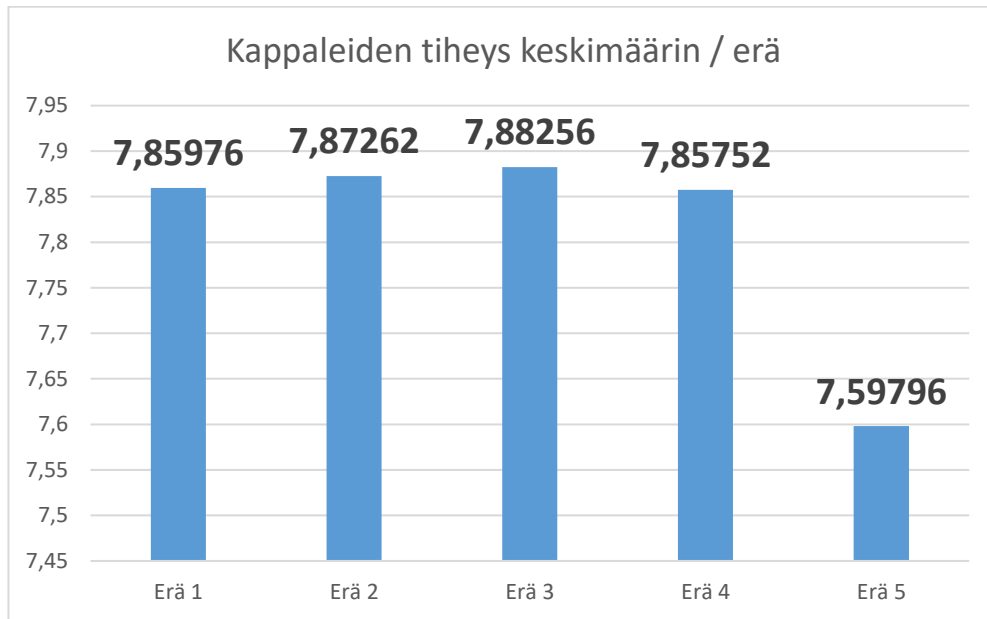
ρ = Tiheys

$\rho(e)$ = Etanolin tiheys (katsotaan taulukosta)

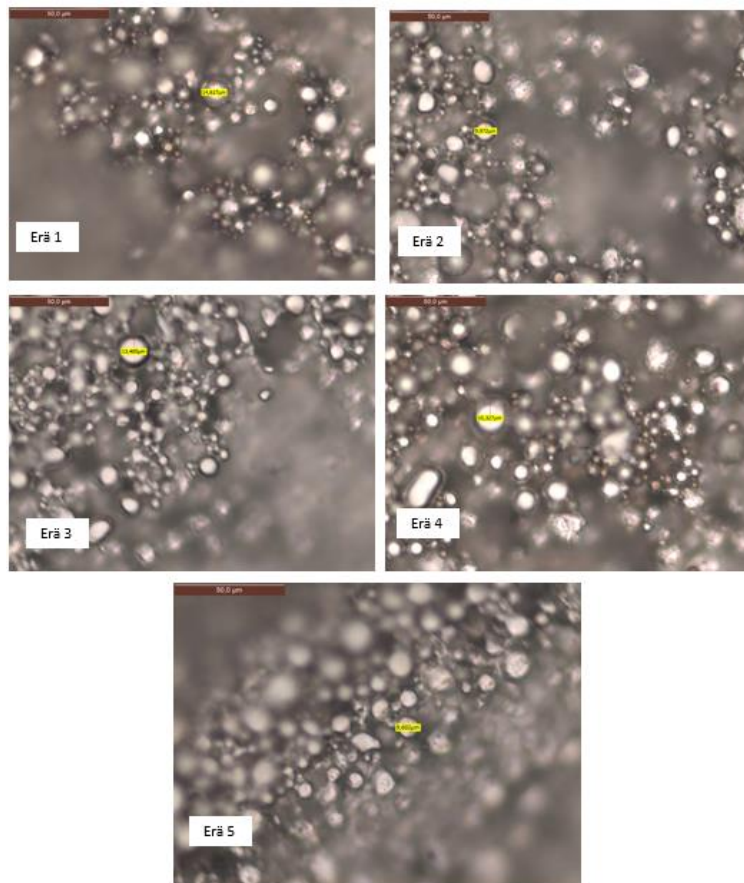
$\rho(a) = 0,0012 \text{ g/cm}^3$ = ilman tiheys standardiolosuhteissa

[13, s. 69] (muokattu 10.4.2018).

Kappalekohtaiset tiheydet laskettiin erän jokaiselle ehjälle kappaleelle. Myös niille erille, joiden sintraus oli epäonnistunut, että saatiin laajempi kuva sintrauksen vaikutuksesta kappaleen tiheyteen. Tulokset löytyvät seuraavasta kuviosta.



Kuvio 7. Kappaleiden keskimääräiset tiheydet nosteen avulla laskiessa

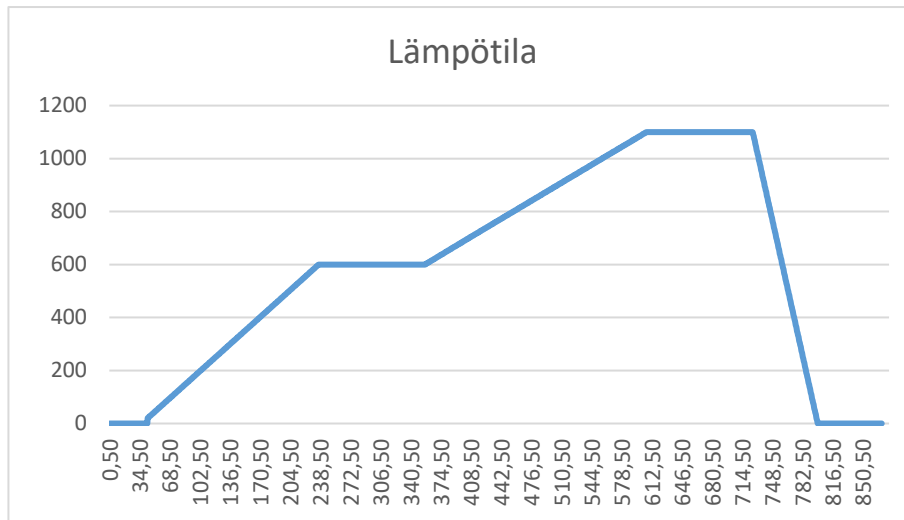


Kuva 18. Mikroskooppikuvat sintrauserien rakenteista

Tiheyslaskelmat menivät johdonmukaisesti aina viidenteen erään asti. Oletuksena oli, että mitä matalampi sintrauslämpötila, sitä huokoisempi kappale. Loogisesti tämä on suoraan suhteessa kappaleen kutistuman kanssa. Erän viisi tiheyslaskelmien mukaan tämä olisi ollut kuitenkin kaikista huokoisin erä. Ristiriitaiset tulokset voitiin selittää siten, että tiheyden mittaukseen käytetty menetelmä aiheutti muuttujia, tai se ei ollut tarpeeksi tarkka. Toinen vaihtoehto oli se, että sintrauksessa oli tapahtunut jotain erikoista. Sintrausdata näytti tosin normaalilta, joten kyseessä olisi voinut olla materiaalien ominaisuuksista johtuvaa vaihtelua. Ongelma saattoi myös olla peräisin tiheyslaskuissa tapahtuneesta virheestä. Laskut tarkistettiin ja erästä viisi suoritettiin uudet mittaukset etanolissa. Tulokset eivät muuttuneet. Tästä syystä päätettiin ajaa kuudes sintrauserä tarkalleen samoja parametreja käyttäen, kuin viidennessä erässä. Kappaleiden tiheysarvot eivät muuttuneet, joten voitiin olettaa, että huokoisuudessa näkyvä epäjohdonmukaisuus oli materiaalin ominaisuuksista ja sintrauksessa tapahtuvasta diffuusiosta, tai mittausmenetelmän epätarkkuudesta johtuva. Sintrauksessa tapahtuvalla diffuusiolla tarkoitetaan olosuhteissa tapahtuvaa materiaalin atomien lämpöliikettä, jonka seurauksena kappaleen rakenne muuttuu. Kuvassa 18 näkyvä viidennen erän huokosten koko ja määrä viittasi myös siihen, että kyseinen erä olisi ollut tiivein.

2.6 Kuudennen sintrauserän yhteenveto

Kuudes sintrauserä ajettiin samoilla parametreilla kuin viides erä, jotka olivat seuraavat: 1100°C, aika 2 tuntia ja lämpötilan nousu 2°C/min. Sintraus onnistui ja kuten odotettu, silmämääräisesti kappaleet eivät eronneet viidennen erän tuotoksista. Sintrausdatan kuvaajana toimii kuvio 7. Painojen pudotus pysyi samana kuin erässä 5.



Kuvio 7. Kuudennen sintrauksen lämpötila ajan funktiona.

Kuvaajaa tarkastellessa huomattiin sintrausdatan olevan terve. Joten seuraavaksi otettiin mitat sintratuista kappaleista koordinaattimittakoneella, joilla selvitetiin kappaleiden kutistumat.

Kutistuman laskemiseksi käytettiin samaa sintraamattoman kappaleen halkaisijan keskiarvoa 7,03313 mm. Laskennassa käytettiin samaa tapaa kuin aikaisemmin. Kuudennen erän mittaustulokset löytyvät liitteestä 8.

Erä 6.

Kappale 1 Ø: 6,4495 mm

Kappale 2 Ø: 6,4553 mm

Kappale 3 Ø: 6,4358 mm

→ Keskiarvo 6,44687 mm

7,03313 mm - 6,44687 mm = 0,58626 mm

$$\frac{0,58626 \text{ mm}}{7,03313 \text{ mm}} * 100 \approx 8,3\%$$

Kuudennen erän kutistuma oli noin 8,3 %

Kutistumien ero viidennen ja kuuden erän välillä on huomattava, sillä kuudes erä oli kutistunut 3,7 % enemmän. Ero selitettiin sintrauksessa tapahtuvan diffuusion kautta. Jokainen kappale on rakenteeltaan yksilöllinen ja ruiskuvalun jälkeen rakenne voi vaihdella kappaleiden välillä. Tämä johti siihen, että diffuusiosta tapahtuva lämpöliike jätti toisen eristä tiiviimmäksi kuin toisen.

Seuraavaksi mitattiin kappaleiden tiheyttä. Tiheys mitattiin jokaisen erään kuuluvan kappaleen kohdalta. Menetelmä oli sama kuin aiemminkin. Tulokset olivat seuraavat:

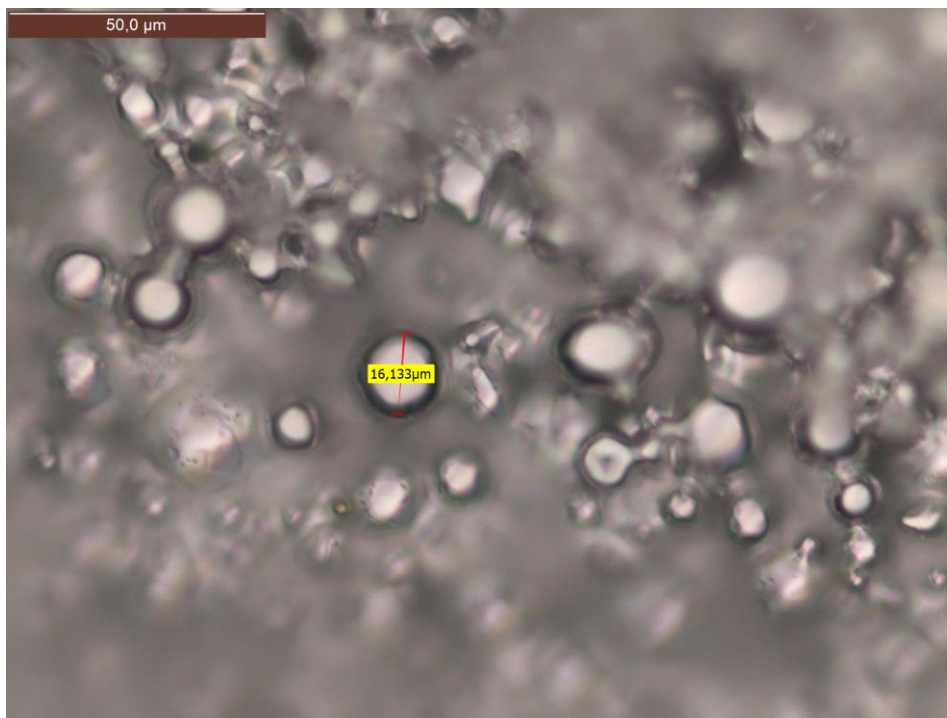
Erä 6

Kappaleiden tiheys keskimäärin $7,65262 \text{ g/cm}^3$

Tiheyksien vaihteluväli $7,56849 \text{ g/cm}^3 - 7,68893 \text{ g/cm}^3$

Erässä 6 mittasimme 6 kappaletta

Kappaleiden rakenteen näkee kuvasta 19.



Kuva 19. Mikroskooppikuva erän 6 kappaleen huokosista

Kuudes sintrauserä ei poistanut epäjohtonmukaisuutta kappaleissa. Tässä vaiheessa epäjohtonmukaisuutta kokeiltiin vielä poistaa uudella laskumenetelmällä, joka perustui kappaleen tilavuuden kautta tiheyden laskemiseen. Johtopäätöksenä voitiin todeta, että kysymys ei ollut sintrausjaksosta tai siinä tapahtuvista muuttujista.

2.7 Tiheyslaskelmat tilavuuden mukaan

Tuloksia pyrittiin seuraavaksi selventämään toista tiheydenlaskelma menetelmää käyttäen, koska nosteen avulla laskettaessa tulokset olivat erittäin epäjohtonmukaiset. Tiheyttä laskettiin käyttämällä seuraavaa kaavaa:

$$\rho = \frac{m}{\pi * r^2 * l}$$

ρ = Tiheys

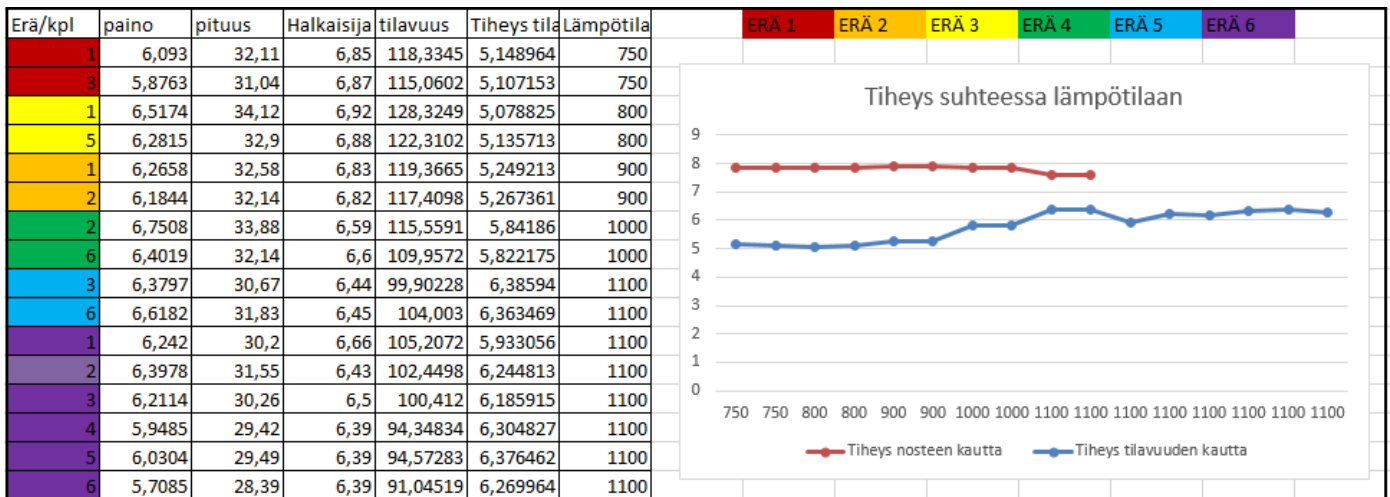
m = Massa

r = Kappaleen säde

l = Kappaleen pituus

Tätä kaavaa käyttämällä kappaleiden tiheydet näyttivät paljon loogisemmilta, joka näkyy taulukosta 3.

Taulukko 3. Kappaleiden tiheysdata ja kaavio.



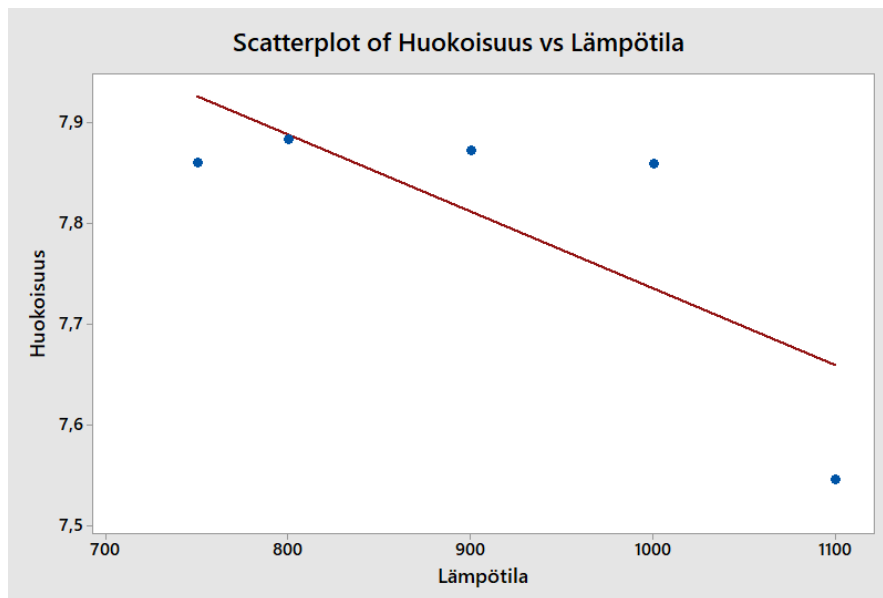
Taulukkoa varten mitattiin kaksi kappaletta jokaisesta erästä, poissulkien erän 6, josta mitattiin kaikki kappaleet. Kuvion johdonmukaistamiseksi, erän 3 arvot laitettiin ennen erän 2 arvoja. Taulukosta nähtiin, että tällä laskentatavalla kappaleiden tiheydet olivat huomattavasti loogisemmat. Erojen havainnollistamiseksi kuvioon asetettiin tiheystulokset molemmilta laskentamenetelmiltä.

Näiden kahden eri laskentatavan välinen ero selitettiin sillä, että nesteen avulla kappaleen tiheyttä laskiessa, neste on täytettävä kappaleen kaikki huokokset siten, että mihinkään ei jää ilmakuplia. Kappaleen rakenne oli todennäköisesti sintratessa mennyt sellaiseksi, että tätä ei päässyt tapahtumaan. Tilavuuden ja massan avulla tiheyttä laskiessa virhettä aiheuttivat kappaleiden muotovirheet ja mittavälineiden epätarkkuus. Yhteenvetona voitiin todeta, että kumpikaan tiheydenlaskentamenetelmä ei ollut täysin tarkka, mutta tilavuuden ja massan avulla laskettaessa tulokset olivat sentään johdonmukaiset, vaikka arvot olivatkin jokseenkin alakanttiin. Kyseisellä materiaalilla huokoisin kappale, joka täyttää myöskin halutut lujuusominaisuudet saatiin käyttämällä toisen erän mukaisia sintrausparametreja.

2.8 DOE-analyysi

Ensimmäisestä tiheyden laskutavasta saadulla datalla suoritettiin DOE-analyysi, jonka tarkoitus oli kuvata tuloksien vaihtelua erilaisissa ympäristöissä perustuen dataan, joka siihen syötettiin. Analyysi suoritettiin ohjelmalla nimeltä Minitab 17.

Tietoja syötettäessä analyysiohjelmaan huomattiin ongelma. Jotta analyysistä saataisi kaikki irti, ohjelma tarvitsee muuttujia. Aiemmat päätökset siitä, että sintrauksessa säädettiin lähinnä vain sintrauslämpötilaa, aiheutti sen, että tämä vaatimus ei täyttnyt. Tämän vuoksi analyysistä ei saatu paljoakaan irti. Laajemman ja paremman analyysin aikaan saamiseksi, olisi vaadittu muuttujien lisäämistä sintraukseen. Tämä olisi vaatinut enemmän resursseja. DOE-analyysin lopputuloksena saatiin aikaan oheinen kuvio 8.



Kuvio 8. Kappaleiden huokoisuus suhteessa sintrauslämpötilaan

Kuviosta nähdään selvästi erän viisi epä johdonmukaisuus kappaleen huokoisuudessa. Kuviosta pääteltiin, että sintrauksen alarajan hakemisen ja vähäisten sintrauserien määrän vuoksi vaihtelu huokoisuudessa oli hyvin vähäistä.

DOE-analyysikuviota ei toistettu toisen tiheyden laskutavan mukaisilla arvoilla, sillä vastaava taulukko on nähtävillä taulukossa 3.

3 Pohdinta

Työn tavoitteena oli luoda metalliruiskuvalamalla mahdollisimman huokoinen kappale, jossa oli myöskin kohtuullinen mekaaninen lujuus sintrausparametreja säätelemällä. Ensimmäinen ongelma oli rajallinen määrä lähteitä ja pohjatietoa. Teoriaosion kirjoittaminen oli melko hidas prosessi yllämainittujen syiden lisäksi eri ulkomaankielisten tekstien tulkinnan ja kääntämisen vaikeuden takia.

Käytännön osio aloitettiin perehtymällä ensin käytössä oleviin työkaluihin, materiaaleihin ja resursseihin. Työntekoon päästiin ruiskuvalumuotin tultua huollosta. Ruiskuvaluprosessi sujui ongelmitta, ja kaikki testikappaleet saatiin valettua yhden päivän aikana. Ruiskuvalun jälkeen suoritettiin sideaineen poisto, jonka yhteydessä törmättiin ensimmäiseen resurssipuutteeseen: ruosteenestoaine oli loppussa. Tästä johtuen jouduttiin suorittamaan koe-erä sideaineen poistoa varten, jotta saatiin selville, pystytäänkö se suorittamaan ilman ruosteenestoaainetta. Ruosteenestoaineeton koe-erä onnistui, joten päästiin suorittamaan kyseinen prosessi testikappaleille. Sideaineen poisto onnistui.

Seuraavana vaiheena oli kappaleiden mittaus koordinaattimittakoneella. Mittausvaihe viivästyi noin viikolla mittakoneen ollessa huollettavana. Huollon jälkeen asiantuntijoiden avustamana tehtiin mittausohjelma, jolla mitattiin koe-erä kappaleita, joiden keskiarvomittoja käytettiin referenssinä myöhemmin työssä.

Mittausten jälkeen ryhdyttiin määrittämään ensimmäisiä sintrausparametreja. Ennakkotietoon pohjautuen päätettiin lähteä kokeilemaan alimpia sintrausparametreja (lämpötilaa ja lämmitysnopeutta). Samalla päätettiin pitää sintrausaika vakiona kaikissa koe-erissä. Ensimmäisen sintrauksen koekappaleet eivät täyttäneet kappaleilta vaadittuja lujuusominaisuuksia. Tässä vaiheessa sintrausparametreihin tehtiin hieman liikaa rajauksia, joka lopuksi aiheutti DOE-analyysin epäonnistumisen. Toisaalta päätös johtui resurssien rajallisuudesta. DOE-analyysin epäonnistumiselta välttymiseen, olisi pitänyt pystyä suorittamaan yli kaksi kertaa enemmän sintrauksia, johon ei saatu lupaa.

Toisen sintrauksen jälkeen sintrausuunista hajosi lämpötila- ja paineanturit. Konerikosta johtuen projekti pysähtyi lähes kuukaudeksi. Tähän yllättävään ongel-

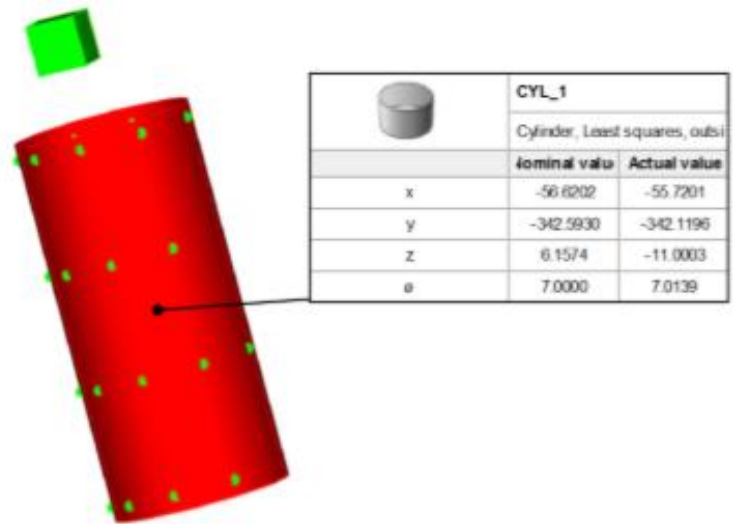
maan ei voitu vaikuttaa millään tavalla. Projekti saatiin takaisin liikkeelle, kun painanturi saatiin vaihdettua. Tässä vaiheessa päätettiin riskillä sintrata kappaleita hajonneella lämpötila-anturilla. Päätös oli kannattava, sillä vaikka jokainen sintraus jouduttiin aloittamaan uudestaan useaan otteeseen, sintraukset saatiin lopulta ajettua läpi.

Sintrauksien jälkeiset mittaukset sujuivat ongelmitta. Projekti sai uuden käänteen, kun tiheyslaskelmissa huomattiin epäkohta, joka soti logiikkaa ja kaikkia ennako-odotuksia vastaan. Viidennen erän tiheyslaskelmien mukaan tämä erä oli kaikista huokoisin. Ongelmaa lähdettiin selvittämään tarkistamalla laskut ja mitaukset. Näiden tarkastusten jälkeen, pyrittiin ongelma poistamaan toistamalla viidennen erän sintraus. Vaihtoehtoisesti olisi voitu nostaa sintrauslämpötilaa, jotta nähtäisi, jatkuuko tuloksien epäjohdonmukaisuus kaavamaisesti. Sama sintraus päätettiin ajaa uudelleen. Lopputulokset eivät vielääkään vastanneet odotuksia. Viimeiseksi oljenkorreksi päätettiin muuttaa tiheydenmittausmenetelmää, jonka avulla saatiin johdonmukaisia, mutta jokseenkin epätarkkoja tuloksia.

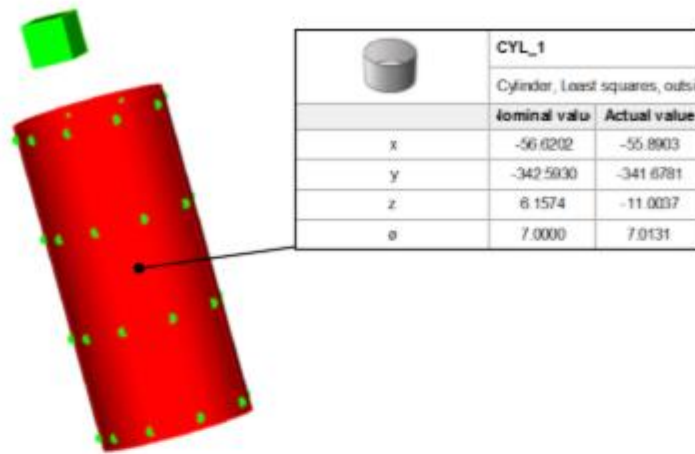
Lopputulokseksi saatiin järkevää dataa, vaikka se oli aivan liian monen vastoinkäymisen takana. Jos vastaava kokeilu pitäisi tehdä uudestaan, laitteiston toimivuus ja materiaalien riittävyys varmistettaisiin ennen projektia. Tämän lisäksi työ suunniteltaisiin tarkemmin resurssien mukaisesti. Myös mittausmenetelmiä olisi pitänyt miettiä ja suunnitella tarkemmin jo ennen hämmentäviä tuloksia. Vaikka emme päässeet täysin tavoitteeseemme, niin kaikesta huolimatta olemme tyytyväisiä työhömme, siihen mitä opimme ja saimme selvitettyä tämän projektin aikana.

Lähteet

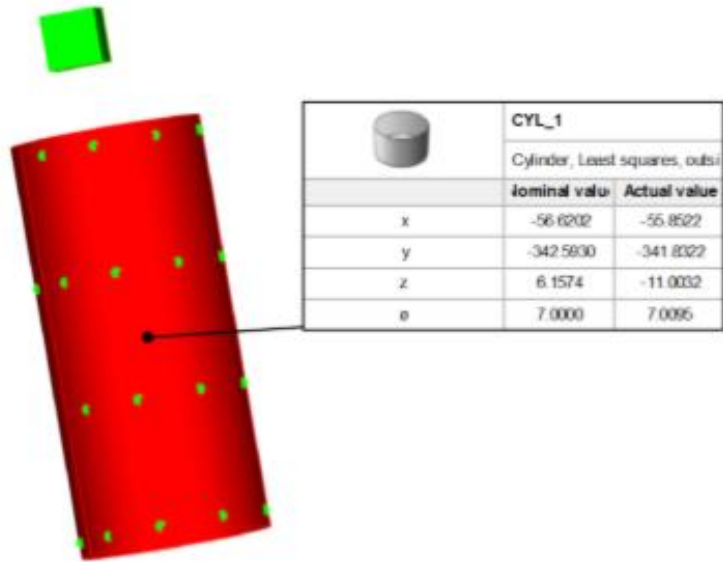
1. Substech Substances & Technologies. Dr. Kopeliovich, D. 2017. Metal injection molding. http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=metal_injection_molding. (11.3.2017)
2. Karelia-ammattikorkeakoulu. Mönkkönen, K 2017. Powder injection moulding (PIM) seminar for Finnish industry. http://www.mamk.fi/instance/data/prime_product_julkaisu/mamk/embeds/mamkwwwstruc-ture/20223_Karelia_Monkkonen.pdf (16.3.2017)
3. Valuatlas.fi, 2017. Ruiskuvalu. <http://www.valuatlas.fi/tietomat/docs/ruiskuvalu-prosessi.pdf> (16.3.2017)
4. Enggpedia.com, 2017. Metal injection molding process-MIM. <http://www.enggpedia.com/chemical-engineering-encyclopedia/dictionary/chemical-processes/1793-metal-injection-molding-process-mim> (22.3.2017)
5. Power injection moulding international. MIM used to produce hollow sphere reinforced aluminium matrix foam parts. 2013. <http://www.pim-international.com/mim-used-to-produce-hollow-sphere-reinforced-aluminium-matrix-foam-parts/> (29.3.2017)
6. Goutam Dutta, Dr. Dibankar Bose. Effect of Sintering Temperature on Density, Porosity and Hardness of a Powder Metallurgy Component. 2012. http://www.ijetae.com/files/Volume2Issue8/IJETAE_0812_18.pdf (31.3.2017)
7. Nuutamo V. 2017. MIM-teknologia konetekniikan opetuksessa. <http://www.karelia.fi/vasu/vasu-12017/mim-teknologia/> (31.3.2017)
8. Heaney D.F. Designing for metal injection molding (MIM). Teoksessa Heaney D (toim.). Handbook of metal injection molding. UK: Woodhead Publishing Limited. 2012.
9. Pölönen M. 2017. MIM-Kappaleen ruiskuvalettavuuden parantaminen. Opinnäytetyö, AMK. Karelia-ammattikorkeakoulu, kone- ja tuotantotekniikka
10. Nishiyabu K. Powder space holder metal injection molding (PSH-MIM) of micro-porous metals. Japan: Kinki University, Woodhead Publishing Limited. 2012.
11. Kurkinen S. 2017 Huokoisuuden säätely metallien ruiskuvalussa. Pro Gradu –tutkielma, Itä-Suomen Yliopisto
12. Wikipedia.org. 2017. Diffuusio. <https://fi.wikipedia.org/wiki/Diffuusio>. (12.4.2018)
13. Sartorius AG. 1994. Sartorius IAC, Integrated Applications Computer, User's manual. Goettingen. Germany



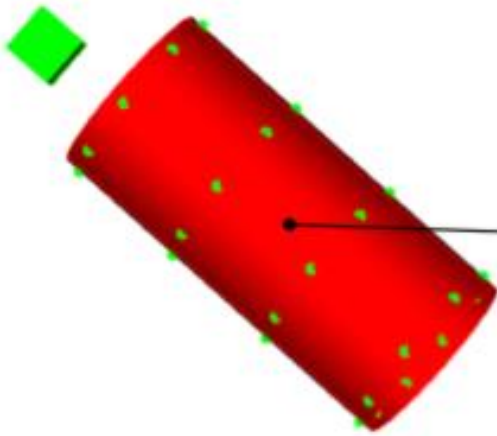
ID	Feature type	Work. length						Graphics	
		Nominal value	SO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev		%Dev
7	Diameter								
	ø	7.0000		0.1000	-0.1000	7.0139	0.0139	14%	<input type="text"/>
8	Cylindricity								
		0.0000		0.1000		0.0169	0.0169	17%	<input type="text"/>



ID	Feature type	Work. length						Graphics	
		Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev		%Dev
10	Cylindricity	0.0000		0.1000		0.0138	0.0138	14%	
9	Diameter	ø 7.0000		0.1000	-0.1000	7.0131	0.0131	13%	

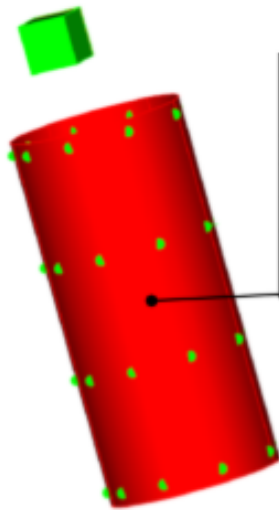


ID	Feature type	Work. length							
		Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	Graphics
12	Cylindricity	0.0000		0.1000		0.0471	0.0471	47%	<div style="width: 47%; background-color: green;"></div>
11	Diameter								
	ϕ	7.0000		0.1000	-0.1000	7.0095	0.0095	10%	<div style="width: 10%; background-color: black;"></div>



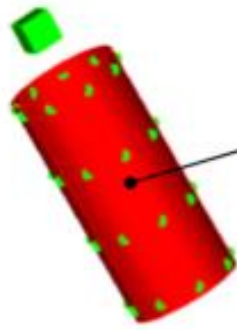
	CYL_1	
	Cylinder, Least squares, outside	
	Nominal value	Actual value
x	-56.6202	-56.9597
y	-342.5930	-341.7913
z	6.1574	-11.0014
ø	7.0000	7.0427

ID	Feature type	Nominal value	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	Graphics
6	Cylindricity	0.0000	0.1000		0.0606	0.0606	61%	
5	Diameter	ø 7.0000	0.1000	-0.1000	7.0427	0.0427	43%	



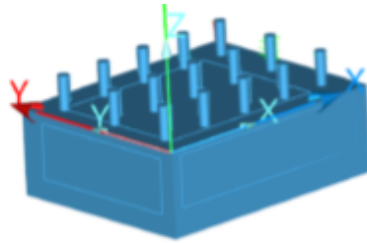
	CYL_1	
	Cylinder, Least squares, outside	
	Nominal value	Actual value
x	-56.6202	-55.6952
y	-342.5930	-342.0813
z	6.1574	-10.9992
ø	7.0000	7.0367

ID	Feature type	Work. length							
		Nominal value	SO 28ε	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	Graphics
4	Cylindricity	0.0000		0.1000		0.0977	0.0977	98%	
3	Diameter	7.0000		0.1000	-0.1000	7.0367	0.0367	37%	



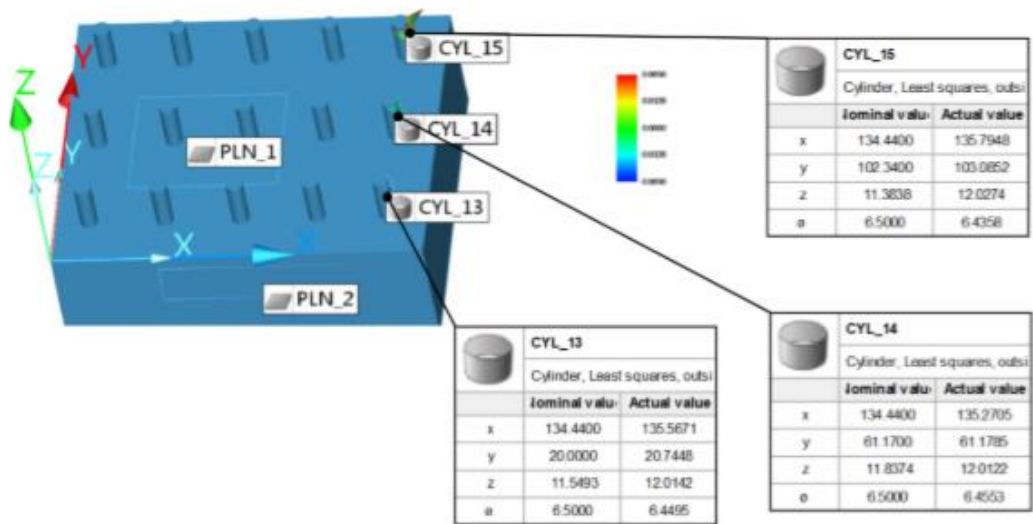
	CYL_1	
	Cylinder, Least squares, outside	
	Nominal value	Actual value
x	-56.6202	-56.2402
y	-342.5930	-342.3903
z	6.1574	-10.9943
ø	7.0000	7.0829

ID	Feature type	Work. length							
		Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	Graphics
2	Cylindricity	0.0000		0.1000		0.0217	0.0217	22%	
1	Diameter	ø 7.0000		0.1000	-0.1000	7.0829	0.0829	83%	



ID	Feature type		Work. length				Graphics	
	Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev		%Dev
1	Diameter							
	ø	6.9000			6.9256	0.0256		
2	Cylindricity							
		0.0000			0.0812	0.0812		
3	Diameter							
	ø	6.9000			6.9184	0.0184		
4	Cylindricity							
		0.0000			0.0344	0.0344		
5	Diameter							
	ø	6.9000			6.9398	0.0398		
6	Cylindricity							
		0.0000			0.0519	0.0519		
7	Diameter							
	ø	6.9000			6.8934	-0.0066		
8	Cylindricity							
		0.0000			0.0267	0.0267		
9	Diameter							
	ø	6.9000			6.9201	0.0201		
10	Cylindricity							
		0.0000			0.0299	0.0299		
11	Diameter							
	ø	6.9000			6.8795	-0.0205		
12	Cylindricity							
		0.0000			0.0439	0.0439		
13	Diameter							
	ø	6.9000			6.9683	0.0683		
14	Cylindricity							
		0.0000			0.0500	0.0500		
15	Diameter							
	ø	6.9000			6.9905	0.0905		
16	Cylindricity							
		0.0000			0.0531	0.0531		
17	Diameter							
	ø	6.9000			6.9324	0.0324		
18	Cylindricity							
		0.0000			0.0247	0.0247		
19	Diameter							
	ø	6.5000			6.7927	0.2927		
20	Cylindricity							
		0.0000			0.1108	0.1108		

ID	Feature type				Work. length			Graphics
	Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	
21	Diameter							
	ø	6.5000			6.6459	0.1459		
22	Cylindricity							
		0.0000			0.0591	0.0591		
23	Diameter							
	ø	6.5000			6.7238	0.2238		
24	Cylindricity							
		0.0000			0.0984	0.0984		
25	Diameter							
	ø	6.5000			6.6364	0.1364		
26	Cylindricity							
		0.0000			0.3139	0.3139		
27	Diameter							
	ø	6.5000			6.9445	0.4445		
28	Cylindricity							
		0.0000			1.1352	1.1352		
29	Diameter							
	ø	6.5000			6.5382	0.0382		
30	Cylindricity							
		0.0000			0.2108	0.2108		



ID	Feature type				Work. length			
	Nominal value	ISO 286	UTol	LTol	Actual value	Dev	%Dev	Graphics
25	Diameter							
ø	6.5000				6.4495	-0.0505		
26	Cylindricity							
	0.0000				0.0470	0.0470		
27	Diameter							
ø	6.5000				6.4553	-0.0447		
28	Cylindricity							
	0.0000				0.0923	0.0923		
29	Diameter							
ø	6.5000				6.4358	-0.0642		
30	Cylindricity							
	0.0000				0.0701	0.0701		