钢铁冶金与材料

电磁振动场施加对金属粉末注射成形性能的影响

刘瑞洋[1,2], 邹黎明[2], 胡　可[2], 范长增[1]

（1. 燕山大学材料科学与工程学院, 河北 秦皇岛 430105; 2. 广东省材料与加工研究所, 广东 广州 510650）

摘　要: 在金属粉末注射成形 (MIM) 过程中引入电磁振动场后, 采用 SEM 和金相显微镜分析注射生坯和烧结样品的微观组织, 系统评价注射生坯和烧结后样品的密度与力学性能。通过对比不同的振动参数对注射生坯性能的影响结果, 从而获得最佳的振动参数。研究结果表明当振动场引入 MIM 注射成形过程后, 相比于静态注射会显著提高生坯和烧结样品的密度和性能, 且随着振动力场的加强, 密度和性能皆出现先上升后下降的现象, 这与喂料流动性有关。该工艺为突破目前 MIM 制备大型零部件困难的技术瓶颈提供了可能。

关键词: 金属粉末注射成形; 电磁振动场; 密度; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TF124　　**文献标志码:** A　　**文章编号:** 1004−7638(2021)02−0131−08

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2021.02.022　　**开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID) :**

听语音 聊科研 与作者互动

Effect of electromagnetic vibration field on the properties of metal powder injection molding

Liu Ruiyang[1,2], Zou Liming[2], Hu Ke[2], Fan Changzeng[1]

(1. College of Materials Science and Engineering, Yanshan University, Qinhuangdao 430105, Hebei, China; 2. Institute of Meterials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, Guangdong, China)

Abstract: The electromagnetic vibration field was introduced into the injection process of metal powder injection molding (MIM). The density and mechanical properties of the green body and sintered samples were systematically evaluated. Meanwhile, the microstructure of the green body and sintered samples was investigated by SEM and microscope. The effects of different vibration parameters on the performance of injection green body were studied to obtain the most suitable vibration parameters. The results show that when the vibration field is introduced into the MIM injection process, the density and properties of green body and sintered samples are significantly improved compared with the static injection proces. With the strengthening of the vibration field, both the density and properties increase firstly and then decrease, which is related to the feeding fluidity. The technology can provide a possibility for breaking through the technical bottleneck of preparing large parts with MIM.

Key words: metal injection molding, electromagnetic vibration field, density, microstructure, mechanical property

收稿日期: 2021−02−20

基金项目: 广东省国际科技合作专项(2018A050506010); 广州市对外科技合作专项(201907010030); 广东省科学院建设国内一流研究机构行动专项资金项目(2019GDASYL-0105077、2021GDASYL-20210302008)。

作者简介: 刘瑞洋(1993—), 男, 辽宁鞍山人, 硕士, 主要工作方向为粉末冶金动态注射成形和高氮奥氏体不锈钢, E-mail: lry1113@yeah.net。

0 引言

金属粉末注射成形(Metal powder injection molding, MIM)是传统粉末冶金技术与塑料注射成型技术相融合的一种近净成形技术[1],它克服了传统模压—烧结工艺存在的诸多问题,比如致密度较低、力学性能较差、密度分布不均匀、较难成形薄壁复杂零件[2−4]。该技术可以实现小型精细复杂形状零件的批量生产,产品具有成分均匀、组织细小、力学性能优异等众多优点,是实现低成本生产金属产品的有效途径,在细微复杂零件产业化进程中有着巨大的应用前景[5]。

对于壁厚或者中大型 MIM 产品,受喂料流动性限制,会出现注射过程充模不充分现象,这大大限制了 MIM 工艺的应用[6−7]。目前,MIM 产品大多采用传统的聚合物电加热螺杆塑化注射成型机进行注射成型,由于金属粉末与螺杆和料筒间长时间的摩擦,这种往复式螺杆塑化装置易产生热量和阻力,从而易使粘结剂分解影响流动性,粉末与粘结剂出现两相分离等问题[8−9],这些都将制约最终 MIM 产品的品质。

华南理工大学瞿金平院士首次将电磁振动场引起的机械振动引入聚合物塑化注射全过程中,并研制出了电磁振动注塑机[10−11]。改变了传统聚合物加工成型的机理。振动力场被引入到塑化、注射、保压全过程中。所得制品的内部结构比传统注射成型更加均匀,更易控制制品的微观结构,进而提升了制品的性能[12]。

目前市场中不锈钢 MIM 产品占 MIM 产品总份额一半以上,高氮无镍不锈钢由于具有无磁、对人体无害的优点,在电子 3C、生物医药领域已得到广泛应用。但目前都采用传统螺杆注射成型机进行静态注射,生产的零件较小。而动态注射研究较少,且未对机理进行分析。鉴于该技术在聚合物塑化领域的诸多优点,笔者拟将电磁振动场应用于高氮无镍不锈钢的 MIM 工艺,研究振动场变化对不锈钢注射生坯和烧结产品的组织和性能的影响。

1 试验材料和方法

1.1 试验材料

本研究采用的喂料为德国巴斯夫公司生产的 PANACEA 高氮无镍不锈钢。该合金的化学成分如表 1 所示。黏结剂为 POM 为主的塑基体系。

表 1 样品合金成分

Table 1 Alloy compositions of the sample %

C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	其它	Fe
0 ~ 0.02	0.75 ~ 0.90	16.5 ~ 17.5	0 ~ 0.1	3.3 ~ 3.5	10 ~ 12	0 ~ 0.1	Balance

1.2 试验方法

试验采用广州一道注塑机械股份有限公司生产的 UP88S 型动态注射机(工作原理如图 1a 所示)。为确定注射参数,对 PANACEA 喂料进行 DSC-TG 试验,由图 1b 可知喂料存在两段吸收峰,其中第一段对应黏结剂 POM 体系,其熔点为 170 ℃。当温度过低时喂料无法获得较好流动性,温度过高又会造成粘结剂体系分解影响注射生坯组织结构,故注射时温度段依次设置为 190、170、170、160 ℃。而后为得到具有一定强度的注射生坯将模具温度设置为 128 ℃,整个注射过程压力为 7 MPa,保压时间为 30 s,并在该过程中施加不同频率和振幅的振动力场。最终获得符合国际标准的拉伸样品生坯(如图 1c 所示)。

注射生坯的催化脱脂在 HT-220LTZL 型催化脱脂炉中进行,催化介质为硝酸,脱脂温度设置为 120 ℃,时长 8 h。热脱脂与烧结过程在 VS-454580 高真空烧结热处理炉中进行。烧结样品时为保证具有较高 N 含量,烧结温度为 1 200 ℃,渗氮压力为 0.11 MPa,保温时间为 6 h。

采用阿基米德排水法测量烧结样品密度。采用德国 Leica 公司 DMI3000M 型金相显微镜和日本电子 JXA-8100 型扫描电镜对注射生坯和烧结试样的微观组织进行观察;采用美国 Instron 公司 Instron8801 型万能试验机在室温下测定烧结样品的力学性能。

2 结果讨论

2.1 振动参数对注射生坯和烧结试样的影响

为研究振动频率和振幅对注射生坯的影响,在振幅为 30 μm 时振动频率分别设置为 1、2、3、4、5 Hz。在振动频率为 3 Hz 时振幅分别设置成 5、15、30、45 μm。

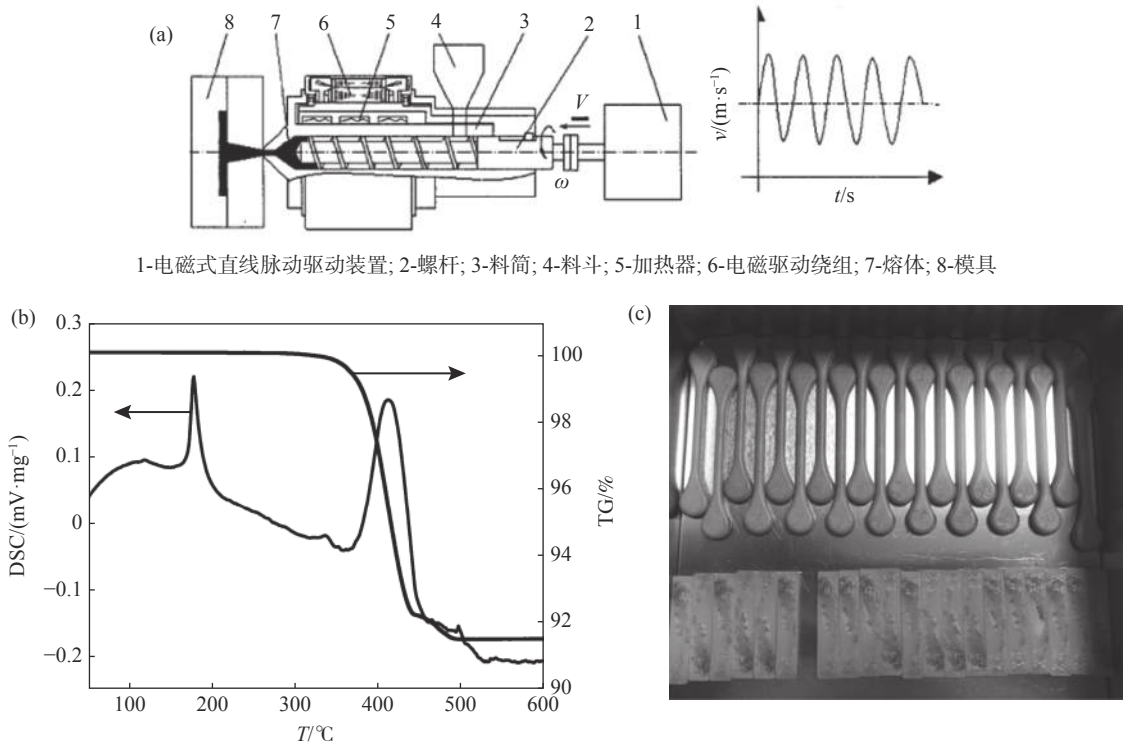


图 1　(a)动态注射机原理[13]; (b)喂料 DSC-TG 曲线和(c)注射生坯图片

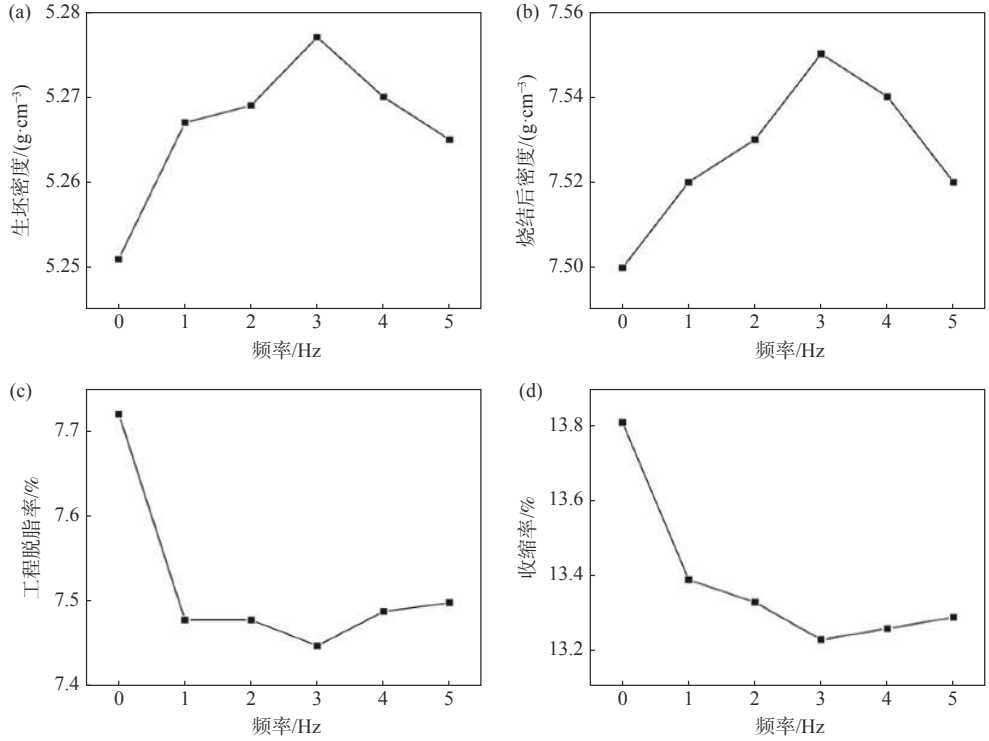
Fig. 1　Schematic diagram of dynamic injection machine (a), DSC-TG curve (b) and green body (c)

图 2 为振幅 30 μm 时, 注射生坯密度、工程脱脂率、烧结后密度和收缩率随振动频率变化的关系。由图 2a 和图 2b 可以明显看出, 注射生坯密度和烧结后密度都明显大于静态注射时。且随着振动频率增大, 两种密度都呈现先增大后降低的趋势, 当振动频率在 3 Hz 时, 两种密度均最大。

由于试验采用外购巴斯夫公司喂料专利, 其脱脂率无法准确计算, 可以借鉴工业生产中计算脱脂率的方法, 用注射生坯和催化脱脂后的质量差与注射生坯质量比得到工程脱脂率(如图 2c), 由图 2c 可知当静态注射时其脱脂率较大, 引入振动力场后脱脂率明显降低, 且随着振动频率的增加, 其脱脂率先下降后上升。说明当静态注射时, 生胚中粘结剂比例较高。可能原因是粘结剂包裹金属粉末不均匀, 两相分离情况较为严重, 所以会出现明显大于动态注射生坯脱脂率这种情况。图 2d 烧结样品的收缩率也出现类似脱脂率的变化趋势, 这也进一步佐证了上述猜想。并且脱脂率和收缩率随频率增加先下降后上升, 这也与生坯密度和烧结密度先上升而后下降变化趋势一致。

图 3 为振动频率为 3 Hz 时, 注射生坯密度、工程脱脂率、烧结后密度和收缩率随振幅变化的关系。由图 3a 和 3b 可知, 生坯密度和烧结密度随振幅变化的情况与随频率变化情况基本相同, 即引入振动场后生坯密度相比于静态注射时提升显著, 且随着振幅增大, 密度先上升后下降。图 3c 和图 3d 中工程脱脂率和收缩率也存在先减小后增大这种类似变化。造成这种情况的原因可能是, 当振动强度超过某一值后, 由频率和振幅引起的力场使得喂料内摩擦力增大, 产生热量, 使粘结剂低分子组分受热分解产生气体, 在生坯内部形成微小气孔, 进而导致生胚体系变得疏松, 密度下降。

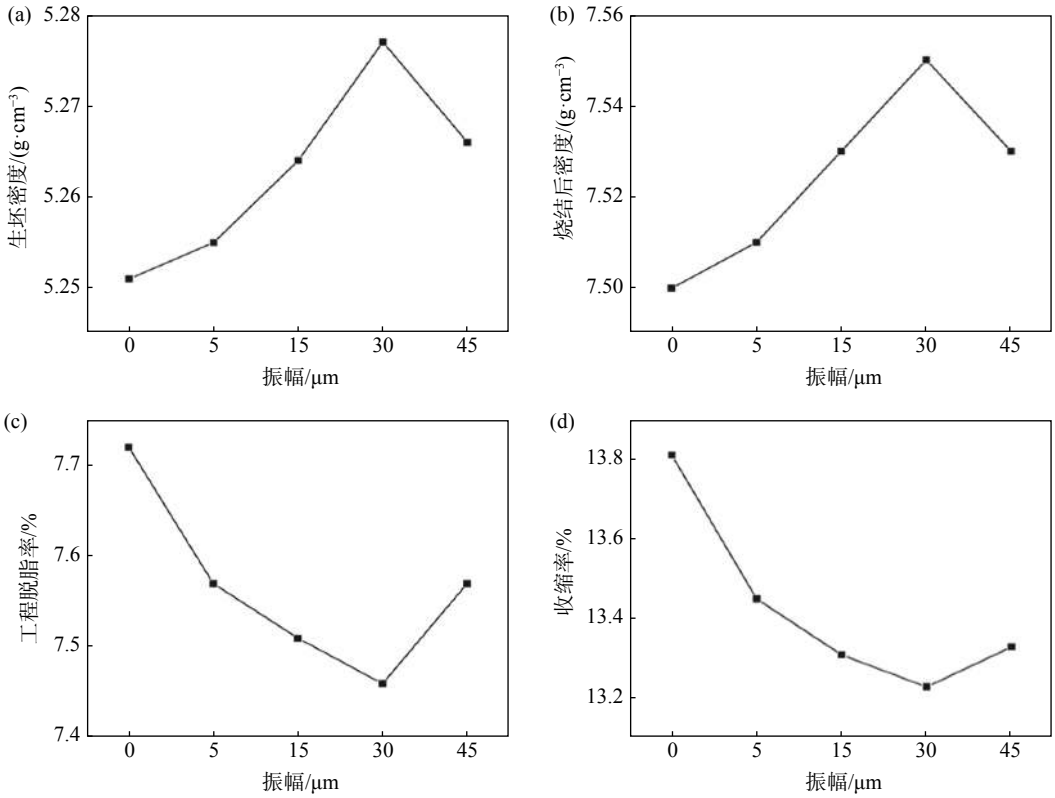
评价注射喂料流动性的方法有两种: 一种利用流变仪测试喂料熔体粘度, 当该数值较小时说明流动性较好。另一种是通过测量阿基米德螺旋线长度来评价喂料流动性好坏, 即在一定注射温度、压力、速度和不同振动参数下注射得到螺旋线, 螺旋线长度越大说明流动性越好。笔者采用比较阿基米德螺旋线长度来判断其流动性优劣, 如表 2 所示, 可见在注射过程中引入振动场后螺旋线长度明显增强, 说明喂料的流动性明显变好。且当振幅为 30 μm, 频率为 3 Hz 时螺旋线长度最长, 说明在该参数下流动性较好。这与之前研究得到的最佳注射振动参数相吻合。



(a) 注射生坯密度; (b) 烧结试样密度; (c) 工程脱脂率; (d) 收缩率

图 2　振动频率对注射生坯和烧结样品性能的影响 (振幅 30 μm)

Fig. 2　Effect of frequency on properties of injection green body and sintered samples(amplitude 30 μm)



(a) 注射生坯密度; (b) 烧结试样密度; (c) 工程脱脂率; (d) 收缩率

图 3　振幅对生坯和烧结样品性能的影响（频率 3 Hz）

Fig. 3　Effect of amplitude on properties of injection green body and sintered samples (frequency 3 Hz)

表 2　在不同振动参数下螺旋线长度

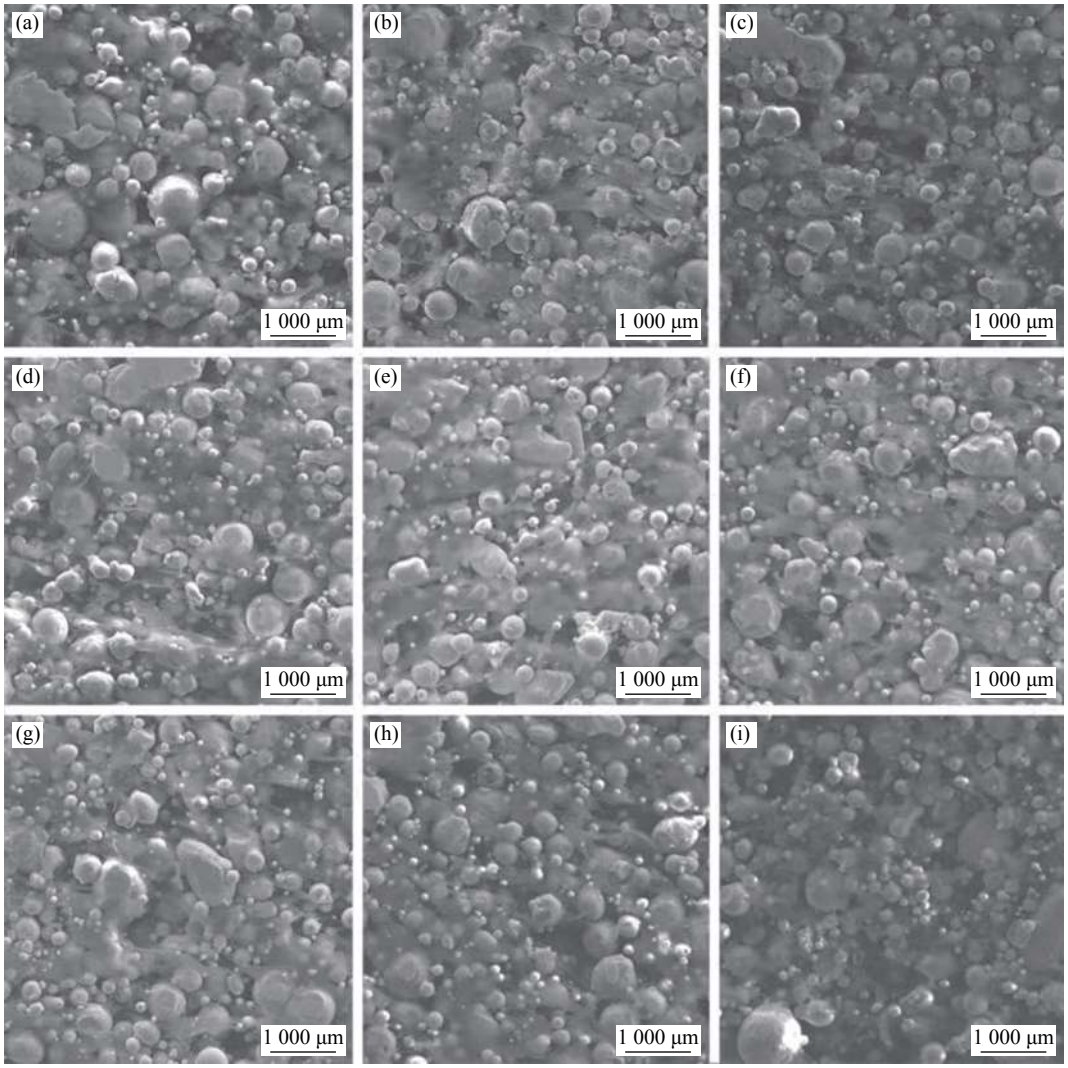
Table 2　Helix length with different vibrating parameters

振动参数		螺旋线长度L/mm
频率/Hz	振幅/μm	
0	0	101
1	30	148
2	30	119
3	30	139
4	30	127
5	30	119
3	5	125
3	15	130
3	45	129

综合分析可知在注射过程引入振动场后注射生坯性能相比于静态注射效果明显加强。并在振动频率为 3 Hz, 振幅为 30 μm 时效果最好。造成这种情况的原因是, 在喂料受热融化过程中, 振动场的引入使得熔体受到强烈的剪切力作用, 粘结剂体系物理交联的网络节点被破坏且难以在短时间内重建, 粘结剂分子链沿着剪切力方向取向更加容易, 摩擦阻力变小, 进而使得喂料粘度减少, 流动性增强, 这样使得金属粉末和粘结剂包裹更加均匀, 生坯结构趋于完善[14]。

2.2　最佳参数下的生坯和烧结样品的微观组织

图 4 分别为静态注射和频率 3 Hz、振幅 30 μm, 频率 5 Hz、振幅 30 μm 时生坯样品的 SEM 形貌。



(a)、(b)、(c) 分别为静态注射时前端、中端、尾端注射生坯 SEM 形貌; (d)、(e)、(f) 分别为振动频率 3 Hz, 振幅 30 μm 时前端、中端、尾端注射生坯 SEM 形貌; (g)、(h)、(i) 分别为振动频率 5 Hz, 振幅 30 μm 时前端、中端、尾端注射生坯 SEM 形貌

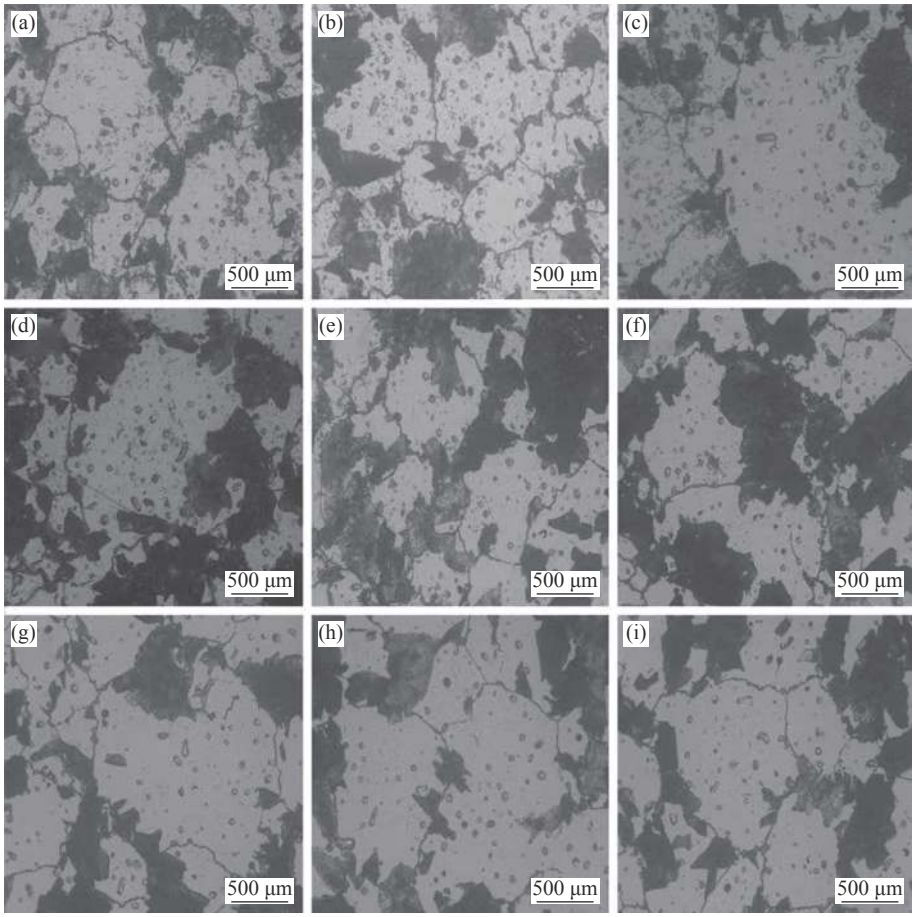
图 4　不同振动参数下注射生坯 SEM 形貌

Fig. 4　SEM image of injecting green body generated under different vibration parameters

对比图 4 可以发现，静态注射时在浇口处金属粉末分布较多且大尺寸金属颗粒堆积(图 4a)，静态注射样品中部观察到粘结剂团聚现象明显，随着熔融的喂料向末端流动金属粉末比例逐渐减少(图 4b)，静态注射样品末端时粘结剂已经具有较大占比(图 4c)。而对于频率为 3 Hz，振幅为 30 μm 的动态注射样品，尾端处(图 4f)金属粉末分布情况相比于静态注射明显改善，且在样品浇口、中间、尾端处金属粉末和粘结剂分布都较为均匀且相差不大。说明在该动态注射参数时喂料的粘度减小，流动性变好。但随着振动频率进一步加强(如图 4g ~ 4i)，粘结剂团聚和大尺寸金属颗粒堆积再次出现，金属粉末分布首尾端变得不均匀，结构变得松散，出现一定空隙。

对比生坯密度，静态注射时浇口处密度为 5.25 g/cm^3，尾端密度为 5.04 g/cm^3；而在最佳参数(3 Hz、30 μm)时浇口处密度为 5.28 g/cm^3，尾端为 5.22 g/cm^3。采用同样的方法对烧结后的样品测量其密度，发现对于静态注射和动态注射，浇口和尾端密度相差不大，其中静态注射时密度为 7.50 g/cm^3 左右，动态注射时为 7.55 g/cm^3 左右。也说明动态注射相比于静态注射时喂料粘度明显减小，流动性增强，金属粉末和粘结剂混合程度更好，进而两相分离情况明显改善。但生坯经过脱脂、烧结，在高温下急剧收缩使得浇口和尾端密度相差不大，只是动态注射时样品整体密度要大于静态注射。

分析动态注射和静态注射试样烧结后的组织形貌(如图 5 所示)，可以发现烧结后样品基体为灰色奥氏体组织(γ 相)，同时在晶界处观察到片层状含氮珠光体组织，在基体处可明显观察到一些微小孔洞。由图 5a、5c 可知静态注射时浇口和尾端的孔洞分布相差不大，但对比图 5d 和 5f 发现在最佳注射参数下孔洞明显减少。进一步说明在最佳动态注射参数下喂料中粘结剂和金属粉末混合较为均匀，使得生坯烧结时急剧收缩后孔洞减少并消失，这有助于最终产品力学性能的提升。



(a)、(b)、(c) 分别为静态注射时前端、中端、尾端烧结试样 SEM 形貌；(d)、(e)、(f) 分别为振动频率 3 Hz，振幅 30 μm 时前端、中端、尾端烧结试样 SEM 形貌；(g)、(h)、(i) 分别为振动频率 5 Hz，振幅 30 μm 时前端、中端、尾端烧结试样 SEM 形貌

图 5 不同振动参数下烧结样品的微观组织

Fig. 5 Microstructure of sintered samples generated under different vibration parameters

2.3　不同注射参数下力学性能

将不同振动参数下注射烧结样品进行强度和硬度测试。如表 3 所示, 动态注射样品屈服强度、抗拉强度、延伸率都明显高于静态注射, 并呈现先上升后下降的趋势, 且成形率可达到 95% 以上。最佳振动参数下烧结样品比静态注射时样品的屈服强度提高 7.2%, 抗拉强度提高 26.1%, 延伸率提高 400%。说明振动场引入注射过程会明显提高材料的力学性能。在一定注射频率和振幅下随着振动强度的增强, 剪切速率加快, 熔体粘度减小, 填充和混合效果增强。粘结剂和金属粉末混合更加均匀, 脱脂后各部分不会出现塌陷、变形等缺陷, 进而在烧结时使得孔洞明显减少, 使样品力学性能有所提高。但当振动频率增加到一定程度后, 剪切速率继续增加, 剪切稀化到达临近值, 反而呈现熔体剪切稠化趋势, 填充效果变差, 这就能够很好解释振动频率增加到一定值后, 继续加大频率, 力学性能反而变差的原因[15]。

需要说明的是, 目前该试验仅对振动参数变化对产品性能的影响进行了摸索, 而大规模的市场生产和不同形状大小的工件制备仍需探索。后续将通过施加热等静压、金属热处理等工艺, 致力于如何继续提高产品力学性能和耐腐蚀性能, 以对标市场上已经成熟的传统工艺生产的不锈钢。

表 3　不同参数下样品的力学性能

Table 3　Mechanical properties of samples generated under different parameters

合金	振动参数		密度/(g·cm^{-3})	氮含量/%	$R_{0.2}$/MPa	R_m/MPa	ε_P	洛氏硬度(HRC)
	频率/Hz	振幅/μm						
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	0	0	7.50	0.75 ~ 0.78	676	825	2.5	22
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	1	30	7.52	0.75 ~ 0.78	716	1 010	7.0	26
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	2	30	7.53	0.75 ~ 0.78	727	1 000	8.5	28
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	3	30	7.55	0.75 ~ 0.78	725	1 040	12.0	28
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	4	30	7.54	0.75 ~ 0.78	734	1 030	10.5	31
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	5	30	7.52	0.75 ~ 0.78	720	966	5.0	28
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	3	5	7.51	0.75 ~ 0.78	701	906	6.9	26
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	3	15	7.53	0.75 ~ 0.78	716	987	9.8	26
$X_{15}CrMnMoN_{17}$	3	45	7.53	0.75 ~ 0.78	720	1 000	10.0	27

3　结论

本试验采用动态注射方法, 通过施加振动场, 使得熔体剪切稀化, 进而使喂料流动性增强, 这为突破目前 MIM 制备大型零部件困难的技术瓶颈提供了可能。

1) 在一定振幅条件下, 随振动频率的增加, 样品密度都呈现先增大后降低趋势, 当振动频率为 3 Hz 时, 生坯密度和烧结后密度均最大; 脱脂率和收缩率表现为先下降后上升趋势。在一定频率下, 随着振幅增大, 密度也呈现先上升后下降, 脱脂率和收缩率先减小后增大这种类似变化, 且振幅为 30 μm 时效果最佳。所以选择振动注射参数为频率 3 Hz, 振幅 30 μm。

2) 当振幅为 30 μm, 频率为 3 Hz 时喂料注射得到阿基米德螺旋线长度最长, 为 139 mm, 说明该参数下喂料具有最好流动性。

3) 分析注射生坯微观形貌, 发现动态注射相比于静态注射时喂料粘度明显减小, 流动性增强, 金属粉末和粘结剂混合程度更好, 进而两相分离情况明显改善。动态注射时样品整体密度要大于静态注射。

4) 在一定注射频率和振幅下, 随着振动强度的增强, 样品力学性能有所提高。但当振动频率增加到一定程度后, 继续加大频率, 力学性能反而变差。

参考文献

[1]　Zhong Renxian, Lu Baiping. Progress of metal powder forming technology[J]. Materials Review, 2008, 22(3): 40−43.

（钟仁显, 卢百平. 金属粉末成形技术若干进展[J]. 材料导报, 2008, 22(3): 40−43.）

[2] Cao Yongjia. Opportunities and challenges of metal injection molding[J]. Powder Metallurgy Industry, 2001, 11(3): 8−18.
（曹勇家. 金属注射成形发展的机遇和挑战[J]. 粉末冶金工业, 2001, 11(3): 8−18.）

[3] Qu Xuanhui. Research progress of powder injection molding[J]. Materials Progress in China, 2010, 29(5): 42−47.
（曲选辉. 粉末注射成形的研究进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(5): 42−47.）

[4] German R M. Designing for metal injection moulding: a guide for designers and end-users[J]. Powder Metallurgy Technology, 2014, 32(4): 306−316.

[5] Li Songlin, Qu Xuanhui, Li Yimin, *et al*. Research progress of injection molding stainless steel abroad[J]. Powder Metallurgy Industry, 2001, 11(3): 18−20.
（李松林, 曲选辉, 李益民, 等. 国外注射成形不锈钢研究的进展[J]. 粉末冶金工业, 2001, 11(3): 18−20.）

[6] Einhorm R A, Smothers W J. Ceramic engineering and science proce-edings[M]. USA: American Ceramic Soc, 1997: 127.

[7] Li Yimin, Huang Boyun. Effect of process parameters on defects of metal injection molding billet[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 1999, 28(2): 117.
（李益民, 黄伯云. 工艺参数对金属注射成形坯缺陷的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 1999, 28(2): 117.）

[8] Liu Z Y, Loh N H, Tor S B, *et al*. Characterization of powder injection molding feed stock[J]. Materials Charactrrization, 2004, 49(4): 313−320.

[9] Stephenson D J, Mc Keown P A. Development in powder co injection moulding[J]. C R P Annals Manufacturing Technology, 2000, 49(1): 191−194.

[10] Qu Jinping, Wu Hongwu. Polymer plasticizing injection molding technology enhancement by vibration field[J]. Plastics, 2000, 29(6): 9−12.
（瞿金平, 吴宏武. 振动场强化聚合物塑化注射成型技术[J]. 塑料, 2000, 29(6): 9−12.）

[11] Wu Hongwu. Qu Jinping Research on electromagnetic dynamic injection molding technology[J]. Polymer Materials Science and Engineering, 2000, 16(5): 1655.
（吴宏武. 瞿金平 电磁动态注射成型技术的研究[J]. 高分子材料科学与工程, 2000, 16(5): 1655.）

[12] Ibar J P. Control of polymer properties by melt vibration technology : A review[J]. Polym. Eng. & Sci., 1998, 38(1): 1−20.

[13] Luo Jiewen, Liu Bin, Cai Yixiang. Application research of electromagnetic dynamic injection molding technology in MIM [C]//2009 National Powder Metallurgy Academic Conference. Zhangjiajie: Powder Metallurgy Association Location, 2009: 484.
（骆接文, 刘 斌, 蔡一湘. 电磁动态注射成型技术在MIM中的应用研究[C]//2009 全国粉末冶金学术会议. 张家界: 粉末冶金协会, 2009: 484.）

[14] Liu Bin, Luo Jiewen, Qu Jinping. Effect of vibration field on rheological properties and phase separation of metal powder injection melt[J]. Journal of South China University of Technology, 2006, (6): 146−155.
（刘斌, 骆接文, 瞿金平. 振动力场对金属粉末注射熔体流变性能及相分离的影响[J]. 华南理工大学学报, 2006, (6): 146−155.）

[15] Jiang Bingyan. Study on the flow process of metal powder injection molding [D]. Changsha: Central South University, 2002.
（蒋炳炎. 金属粉末注射成形流动过程研究[D]. 长沙: 中南大学, 2002.）

编辑 杨冬梅