

Vollautomatisierte Dichtemessung zur Optimierung der Prozessparameter beim MIM-Verfahren

Hendrik Krüger, Mathias Evers, Robert Kostbade
– Dimensionics Density GmbH

Marko Maetzig, Hartmut Walcher
– ARBURG GmbH + Co KG

Die Dimensionics Density GmbH, als Spezialist für vollautomatisierte Dichtemesssysteme nach dem archimedischen Prinzip, hat in Zusammenarbeit mit der Firma Arburg GmbH & Co. KG evaluiert, in welchem Rahmen eine prozessbegleitende Dichtemessung an Grünlingen für das Metallpulverspritzgießen (Metal Injection Moulding -MIM) sinnvoll einsetzbar ist. Insbesondere die Reproduzierbarkeit und der Zusammenhang aus gemessener Grünlingsdichte und dem Schrumpfverhalten des Bauteils im anschließenden Prozess (Entbindern, Brennen) standen im Fokus der Untersuchungen. Zielsetzung ist, nahe am Anfang der Prozesskette eine Qualitätsüberwachung und Gewinnung von Messdaten zur fortlaufenden Optimierung der Produktionsparameter zu etablieren.

The logo for Arburg, featuring the word "ARBURG" in a bold, black, sans-serif font. A thick green horizontal bar is positioned directly beneath the text.The logo for Dimensionics Density, consisting of a stylized red and white starburst icon to the left of the text "DIMENSIONICS" and "DENSITY" stacked vertically in a black, sans-serif font.

1. Bedeutung der homogenen Dichteverteilung für das MIM-Verfahren

Der Metallpulverspritzguss (Metal Injection Moulding - MIM) ist ein Fertigungsverfahren, welches aus vier Teilschritten besteht: (1) Compoundieren, (2) Spritzen, (3) Entbindern und (4) Sintern. Beim Compoundieren wird aus Metallpulver und einem organischen Binder ein homogenes Granulat (Feedstock) hergestellt, das im Anschluss mittels Spritzgussverfahren weiterverarbeitet werden kann. Der Feedstock wird durch Druck in das formgebende Werkzeug eingespritzt. Der Grünling wird im Folgeschritt entbindert. Der Binderanteil wird dabei auf 2-3 % (Restbindergehalt) reduziert, um anschließend im finalen Sinterprozess ein dichtes maßhaltiges Bauteil zu erhalten. Abhängig vom Werkstoff wird das Bauteil bei Temperaturen von 1200 - 1380°C gesintert. Während der Aufheizphase wird das restliche Bindemittel (Backbone) restlos entfernt. Die Bauteile schrumpfen dabei auf die berechnete Größe und weisen eine hohe Dichte von >97 % auf. Vorteil dieses Verfahrens ist die Möglichkeit komplexe Bauteile in hoher Stückzahl zu fertigen.

Entscheidend für die Qualität von MIM Bauteilen ist die konstante Dichteverteilung über das gesamte Grünteil hinweg. Eine ungleichmäßige Verteilung verursacht ein ungleichmäßiges Schrumpfverhalten, das zu verzogenen und nicht maßhaltigen Bauteilen führt.

Um die Qualität des Bauteils zu bewerten, werden üblicherweise Bauteile im händischen Verfahren durch

Fachkräfte untersucht. Dafür werden Grünteile mit einem bestimmten Parametersatz hergestellt, um diese anschließend zu entbindern und zu sintern, bevor sie dann genauer untersucht werden können. Durch einen iterativen Trial-and-Error-Prozess optimiert man die Spritzparameter für jedes einzelne Werkzeug. Dies geschieht unter Zuhilfenahme theoretischer Berechnungen und historischer Daten, aber generell ist es ein aufwendiger, zeit- und energieintensiver, mehrstufiger Prozess, da die Teile zunächst im Ofen gesintert werden müssen. Insbesondere die Erfordernis geschulter Fachkräfte und die langen Reaktionszeiten auf Veränderungen am Anfang der Prozesskette schüren den Wunsch nach einem schnellen, automatisierten Analyseverfahren.



2. Archimedische Dichtemessung von Festkörpern

2.1. Grundlagen der archimedischen Dichtemessung

Die gravimetrische Dichtebestimmung von Festkörpern nach Archimedes ist ein allseits bekanntes und etabliertes Messverfahren. Das Gewicht eines Körpers wird zunächst in Luft (m) und anschließend in einer Flüssigkeit (m_{FL}) vermessen. Die Gewichts-differenz entspricht dem Auftrieb, welchen der Körper in der Flüssigkeit erfährt. Aus Auftrieb und bekannter Flüssigkeitsdichte ρ_{FL} wird das verdrängte Volumen und somit das Volumen des Körpers selbst berechnet. Die Dichte ρ des Körpers ist der Quotient aus seinem Volumen V und Trockengewicht m . Unter Vernachlässigung aller



genommen werden kann. Häufig werden jedoch Tenside zugesetzt, um Blasenanhafungen am Bauteil und damit einer Verfälschung der Nasswägung vorzubeugen.

Formel (1)

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{m}{m - m_{FL}} \rho_{FL}$$

Umwelteinflüsse kann die Dichte nach Formel (1) berechnet werden.

Als Messmedium wird häufig destilliertes Wasser eingesetzt, für welches die Flüssigkeitsdichte in Abhängigkeit der Temperatur aus bekannten Tabellen ent-

Bei hohen Genauigkeitsanforderungen an die Dichtemessung ($<0,1\%$ Fehler) sind die allgemein bekannten Tabellenwerte für reines Wasser nicht mehr uneingeschränkt auf ein Wasser-Tensid-Gemisch übertragbar und müssen für das verwendete Messmedium einmalig messtechnisch ermittelt werden.

Da Laborwaagen den Wägewert W anstelle der Masse m anzeigen, muss bei Abweichung von Normtemperatur (20°C) und Normaldruck (1 bar) der Auftrieb bei der Wägung im Medium Luft berücksichtigt werden. Während die Dichte des flüssigen Mediums von der Flüssigkeitstemperatur und ggf. der Konzentration zugesetzter Tenside abhängt, ist die Dichte der Luft von den Umweltparametern Lufttemperatur, Luftdruck und in sehr geringem Maß auch von der Luftfeuchte abhängig. All diese Umgebungsparameter müssen während der Messung mit erfasst werden, um $<0,1\%$ Fehler bei der Dichtebestimmung einer Probe zu erzielen.

Neben Umwelteinflüssen sind auch konstruktive Aspekte der Messanordnung zu berücksichtigen. So treten z.B. an Komponenten, welche die Gewichtskraft des Messobjekts im Flüssigkeitsbad aufnehmen und auf die Waage außerhalb des Beckens übertra-

gen, parasitäre Kräfte auf. Zu nennen sind hier insbesondere Kapillareffekte und Meniskenbildung an den Grenzflächen zwischen Waagengestell, Wasser und Luft. Darüber hinaus wird die Nasswägung durch einen parasitäreren Auftrieb am teilweise im Wasser befindlichen Waagengestell verfälscht, wenn sich infolge des eintauchenden Messobjekts der Pegelstand im Becken ändert.

Diese Störeinflüsse sind konstruktiv zu minimieren und / oder messtechnisch zu erfassen, um sie rechnerisch zu eliminieren.

Ansonsten gelten alle Anforderungen, die allgemein auch für Wägungen im unteren mg-Bereich gestellt sind. Krafteintrag durch Luftzirkulation, Erschütterung oder elektrostatische Aufladung sind unbedingt zu vermeiden.





2.2. Vollautomatisiertes Dichtemesssystem für Produktionsumgebungen

Die an sich hohe Genauigkeit archimedischer Dichtemessungen wird in der Praxis durch den menschlichen Einfluss deutlich reduziert. Eine stets exakte Ausführung der Messschritte ist auch für geschultes Personal kaum umsetzbar. Insbesondere nicht, wenn Messungen von unterschiedlichen Personen oder über mehrere Tage verglichen werden.

Das vollautomatisierte Dichtemesssystem der Dimensionics Density GmbH ermöglicht eine reproduzierbare, hochgenaue Messung vorwiegend durch:

- | Ausschluss menschlicher Einflussfaktoren mittels des vollautomatisierten Bauteilhandlings
- | Erfassung sämtlicher relevanter Umweltfaktoren (Wasser- und Lufttemperatur, Umgebungsdruck, Luftfeuchte)
- | Vermeidung des Eintrags externer Störungen (Erschütterungen, Luftzirkulation, Wärmestrahlung)

durch Einhausung und mechanische Entkopplung.

- | Erhaltung konstanter Messbedingungen bei der Nasswägung durch Regelung des Pegelstandes und einem automatisierten Flüssigkeitswechsel.

Das Messsystem ist für den Betrieb in einer Produktionsumgebung konzipiert. Somit ist es nicht, wie sonst üblich, auf den Einsatz in einer Laborumgebung beschränkt. Durch die schnelle Ausführung der Dichtemessung und die Möglichkeit zur Integration des Systems in die Produktionslinie, sind erstmals ausreichend kurze Reaktionszeiten möglich, um Prozessparameter bei Bedarf anzupassen. Je kürzer die Reaktionszeit, umso geringer ist die Menge potenziell produzierten Ausschusses.

Zu messende Bauteile werden der Anlage in einem Tray mit (derzeit) bis zu 18 Plätzen zugeführt. Ein QR-, DMC- und Barcodescanner dient der Erfassung von Werker-, Auftrags- und Bauteilnummern während der

Bestückung. Auch eine Anbindung an übergeordnete Produktions- und Qualitätssysteme ist nach kundenspezifischen Anforderungen möglich.

Bauteile innerhalb eines Messauftrags dürfen in ihrer Form variieren. Somit ist eine Messung segmentierter

Bauteile in einem Durchgang möglich. Die schnelle, sequenzielle Ausführung der Einzelmessungen unter konstanten Bedingungen ist der Schlüssel, um auch geringe Abweichungen der Dichteverteilung im Bauteil messtechnisch abzubilden.

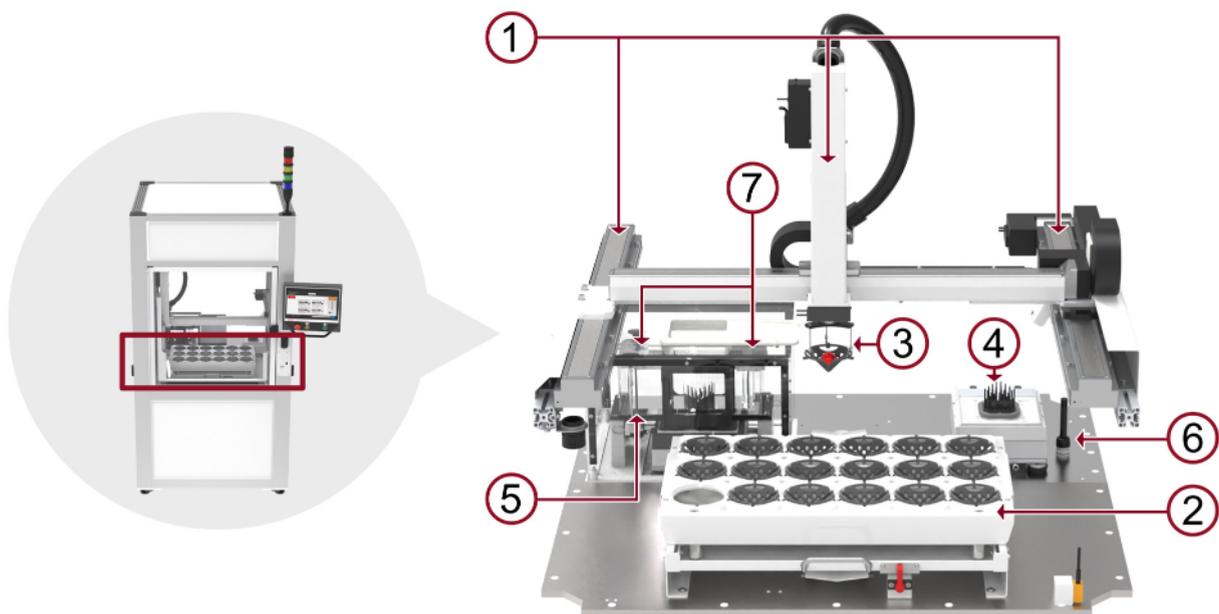


Abbildung 1: Vollautomatisiertes Dichtemesssystem der Dimensionics Density GmbH

- | | |
|------------------------------|---|
| ① Handlingsystem, | ⑤ Nasswägestation |
| ② Tray mit Bauteilträgern | ⑥ Klimasensorik (Temperatur, Druck, Feuchte) |
| ③ Ausgehobener Bauteilträger | ⑦ Flüssigkeitssensorik (Temperatur, Pegelstand) |
| ④ Trockenwägestation | |

2.3. Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der automatisierten Dichtemessung

Zum Nachweis der Messgenauigkeit wurden zwei, von der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) zertifizierte Dichtenormale aus Quarzglas verwendet.

Spezifikation der Probekörper bei 20°C laut PTB:

- Quarzglaskugel 1: $D = 20 \text{ mm}$, $\rho_{20} = (2,2021 \pm 0,0010) \text{ g/cm}^3$
- Quarzglaskugel 2: $D = 50 \text{ mm}$, $\rho_{20} = (2,20226 \pm 0,0002) \text{ g/cm}^3$

Zu beachten ist die höhere Messunsicherheit seitens der PTB für Objekte geringen Volumens.

Die Normale wurden von Dimensionics Density mit der automatisierten Dichtemessanlage mehrfach wiederholt vermessen. Sie wurden nach jedem Messdurchlauf aus der Anlage entnommen, getrocknet und wieder eingelegt. Die so gemessene Dichte war für beide Proben und über alle Wiederholungen innerhalb der von der PTB zertifizierten Toleranz von $< 0,0010 \text{ g/cm}^3$ für 20 mm bzw. $< 0,0002 \text{ g/cm}^3$ für die 50mm Quarzglaskugel (Abbildung 2).

Das Messsystem bezieht sich hierbei auf die exakt bekannte Dichte der verwendeten Messflüssigkeit (Destwasser-Tensid-Gemisch) unter Berücksichtigung gemessener Umgebungsparameter. Es wurde zuvor kein Abgleich der Anlage auf ein Dichtenormal durchgeführt.

Ein solcher Abgleich wäre sinnvoll, wenn z.B. aus besonderen Gründen, eine Flüssigkeit ohne exakt bekannte Dichte für die Nasswägung verwendet werden muss.

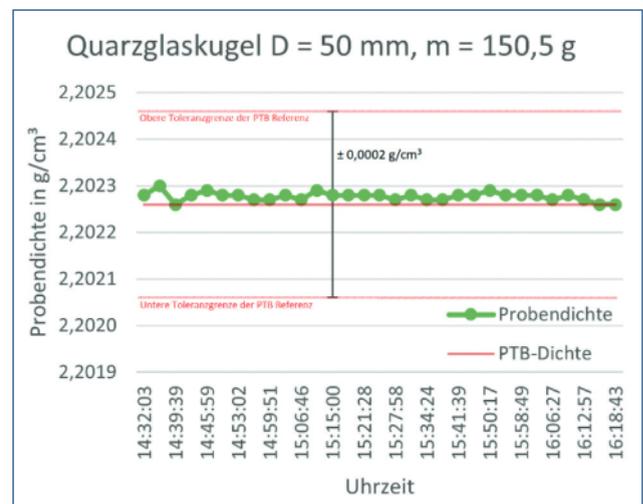
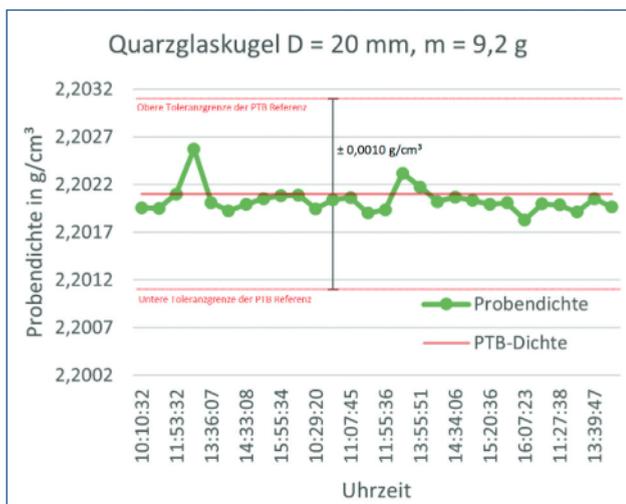


Abbildung 2: Wiederholt gemessene Dichte (Dimensionics) für 2 Dichtenormale aus Quarzglas (PTB zertifiziert)

Sollen kleinste Dichtedifferenzen zwischen Segmenten eines Bauteils untersucht werden, ist die Reproduzierbarkeit der Dichtemessung wichtiger als die absolute Genauigkeit.

Mit Hilfe der vollautomatischen Dichtewaage der Dimensionics Density GmbH wurden nachfolgend 5 verschiedene Testteile je 25-mal vermessen, um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu evaluieren. Die Wiederholmessungen erstrecken sich je Objekt über einen Zeitraum von min. 3h. Dabei wurde das Objekt

nach jeder Messung aus der Anlage entnommen, gereinigt, getrocknet und neu eingelegt.

Als Proben wurden 2 Quarzglas-Kugeln und 3 komplex geformte Grünteile verwendet (teils mit Sacklochbohrungen und Hinterschneidungen).

Allen hier verwendeten Proben gemein ist, dass sie während der Versuchsreihe kein Wasser in sich aufnehmen.

Bauteil (je 25 Messungen)	Mittelwert	Standard- abweichung	Variations- koeffizient	6 Sigma
	μ	σ	$CV=(\sigma/\mu)*100\%$	$6*\sigma$
Kugel D=20 mm, V = 4,2 cm ³	2,2020 g/cm ³	0,0001 g/cm ³	0,006%	0,0008 g/cm ³
Kugel D=50 mm, V = 65 cm ³	2,20228 g/cm ³	0,00001 g/cm ³	0,0004%	0,00005 g/cm ³
Sinterteil 1: V = 0,15 cm ³	7,5233 g/cm ³	0,0080 g/cm ³	0,107%	0,0483 g/cm ³
Sinterteil 2: V = 0,64 cm ³	7,4830 g/cm ³	0,0025 g/cm ³	0,033%	0,0148 g/cm ³
Grünteil: V = 9,57 cm ³	4,7865 g/cm ³	0,0002 g/cm ³	0,005%	0,0015 g/cm ³

Tabelle 1: Reproduzierbarkeit der Dichtemessung an 25 Wiederholungen je Bauteil

In Abhängigkeit von Größe (Volumen) und Oberflächenbeschaffenheit der Probe ist, selbst unter Six-Sigma-Bedingung, eine Reproduzierbarkeit der Dichtemessung auf die dritte bis vierte Nachkommastelle erreichbar (Tabelle 1). Besonders verlässlich sind Messungen an Objekten mit einem Volumen >1 cm³ (Quarzglas-Kugeln und Grünteil). So weist die Messreihe an der 50 mm Kugel (V=65 cm³, m=151 g) die höchste Reproduzierbarkeit des Dichtemesswerts auf.

Bei geringeren Probevolumina (gesinterte Proben 1 und 2) ist der Einfluss zufälliger Fehler auf die Dichtemessung größer. Als Störgrößen zu nennen sind hier in erster Linie Blasenanhaltungen an der Bauteiloberfläche während der Nasswägung. Bei Materialien sehr geringer elektrischer Leitfähigkeit sind auch elektrostatische Einflüsse auf die Trockenwägung möglich. Für diesen Fall ist optional ein Ionisator in der Anlage integriert, um Oberflächenladungen zu neutralisieren.

3. Experimentelle Untersuchungen zur Dichteverteilung in MIM-Proben

Mit Hilfe der automatisierten Dichtemessung wird nachfolgend untersucht, welchen Einfluss die Fertigungsparameter Einspritzgeschwindigkeit und Druck auf die Dichteverteilung innerhalb eines Bauteils im Grünzustand haben. Ziel ist es, bereits vor dem Sinterprozess eine Prognose zur späteren geometrischen Schwindung zu erstellen.

3.1. Herstellung und Segmentierung der MIM Proben

Im Metallspritzgussverfahren wurden Prüfplatten von Arburg mit einer 18 mm MIM Schnecke gefertigt. (80 x 20 x 2,5 mm) aus einem MIM-Feedstock (Catalmold 42CrMo4) der Firma BASF SE hergestellt. Die Testteile wurden auf einem Allrounder 370 S 700 - 70

Dabei wurden folgende Spritzparameter verwendet:

Einstellparameter	Versuchsreihe 1 Platten: V1 - V4	Versuchsreihe 2 Platten: V5 – V6
Düsentemperatur	190 °C	190 °C
Werkzeugtemperatur	145 °C	130 °C
Einspritzgeschwindigkeit	15 cm ³ /s	V5: 2,0 cm³/s V6: 20,0 cm³/s
Umschaltpunkt	bei 95 % Füllung	bei 100 % Füllung
Nachdruck	V1: 1500 bar V2: 1000 bar V3: 500 bar V4: 100 bar	0 bar
Nachdruckzeit	5 s	0 s

Tabelle 2: Probenherstellung unter Variation der Fertigungsparameter

In der Versuchsreihe 1 (Proben V1...V4) wurde der Nachdruck, welcher die Schwindung während des Erhaltens in der Form kompensiert, variiert. Die Proben V5 und V6 aus der Versuchsreihe 2 wurden hingegen ohne Nachdruck, aber bei unterschiedlichen Füllgeschwindigkeiten gefertigt. Hier wurde der Einspritzvorgang immer bei 100 %-Füllung beendet.

Um die Dichteverteilung über die Bauteillänge zu untersuchen, wurden die Prüfplatten in 3 gleich lange Teilstücke segmentiert: Anguss, Bauteilmitte und Fließende. Die Segmente haben im Grünzustand ein Volumen von je ca. 1,8 cm³.

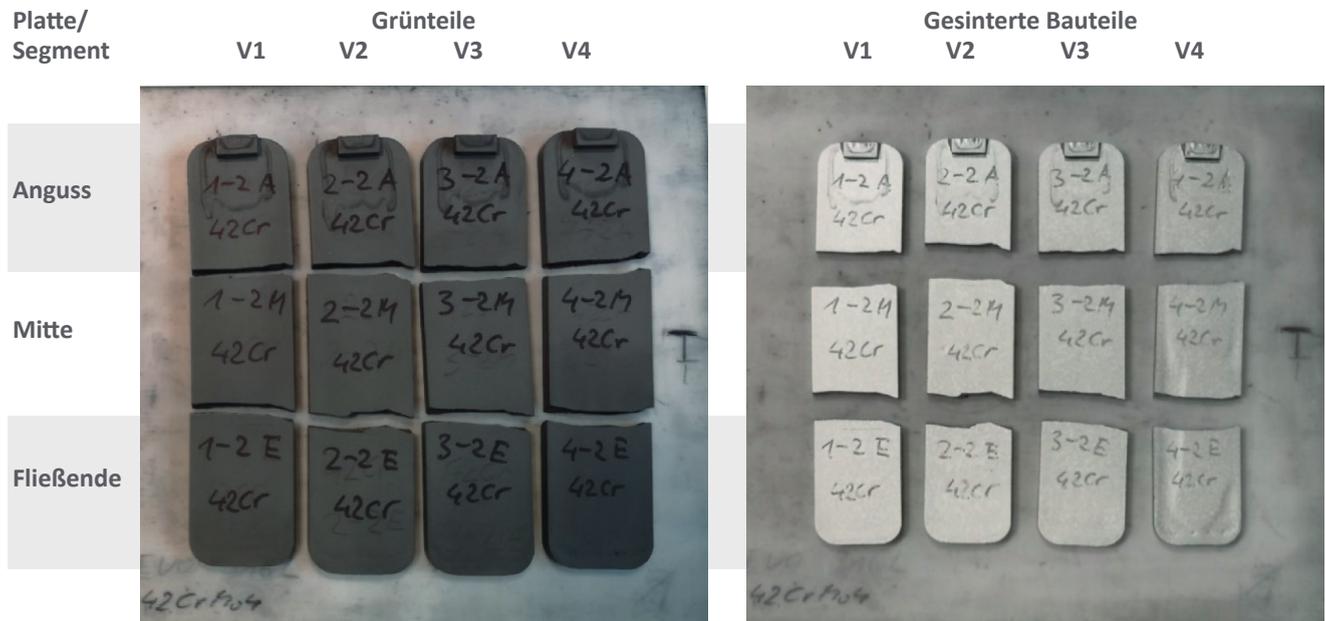


Abbildung 3: Segmentierte Proben V1 ... V4, als Grünteile (links) und im gesinterten Zustand (rechts)

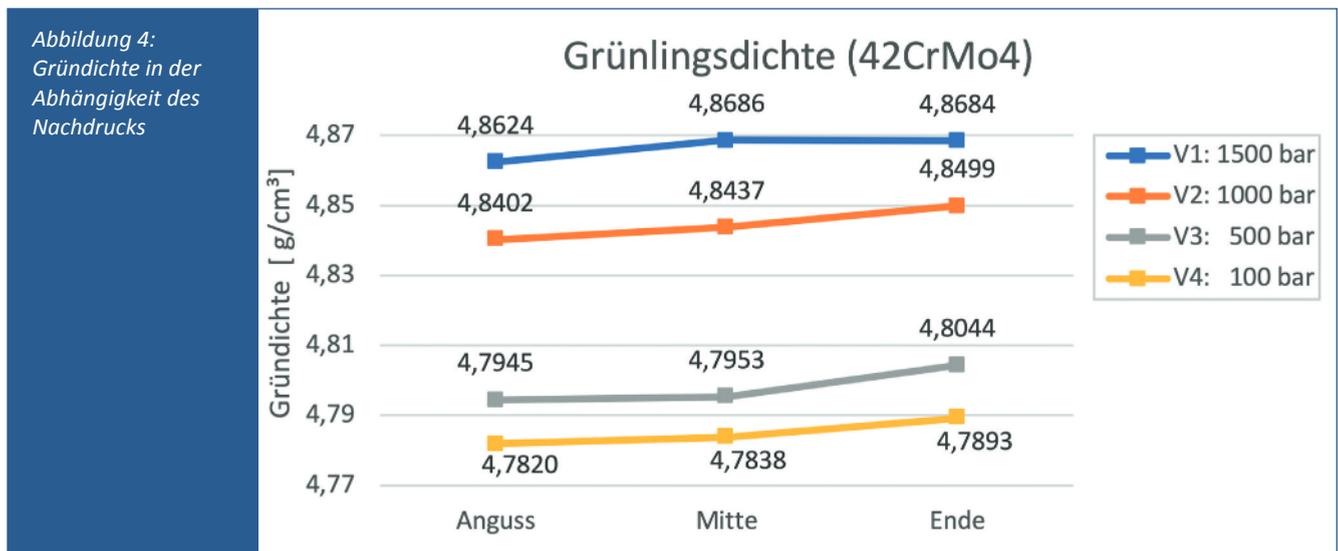
An die Segmentierung werden keine hohen Anforderungen gestellt. Selbst ein leichter Materialverlust durch Sägen oder Brechen beeinflussen die nachfolgenden Untersuchungen nicht.

3.2. Messung von Dichte und Schwindung an segmentierten MIM Proben

Für alle Segmente der Prüfplatten wurden Masse, Volumen und Dichte automatisiert im Grünzustand gemessen. Die Platten V1...V4 wurden unter Anwendung unterschiedlich hoher Nachdrücke gefertigt. Die Dichtemessung zeigt den erwarteten Zusammenhang, bei welchem die Gründichte mit höherem Druck zunimmt.

Interessant ist hingegen die Verteilung der Grünlings-

dichte über die Bauteillänge (3 Segmente), welche für alle 4 Platten vom Anguss zum Fließwegende stetig zunimmt. Erwartet wurde hingegen die höhere Dichte im Anguss statt am Ende der Fließstrecke. Ob dies auf z.B. Trägheitseffekte bei der Einspritzung oder Temperaturgradienten innerhalb der Form bzw. des Materials zurückzuführen sind, soll in zukünftigen Untersuchungen an neu gefertigten Proben ergründet werden.



Zusätzlich zur archimedischen Gründichtemessung wurden die segmentierten Prüfplatten nach dem Sintern geometrisch vermessen. Hierzu wurde die Breite jeweils an 9 Stellen entlang der Plattenlänge mechanisch gemessen.

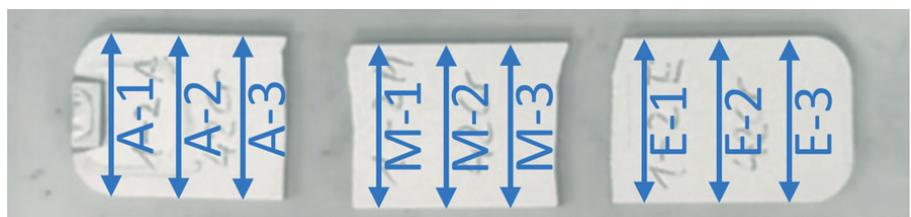
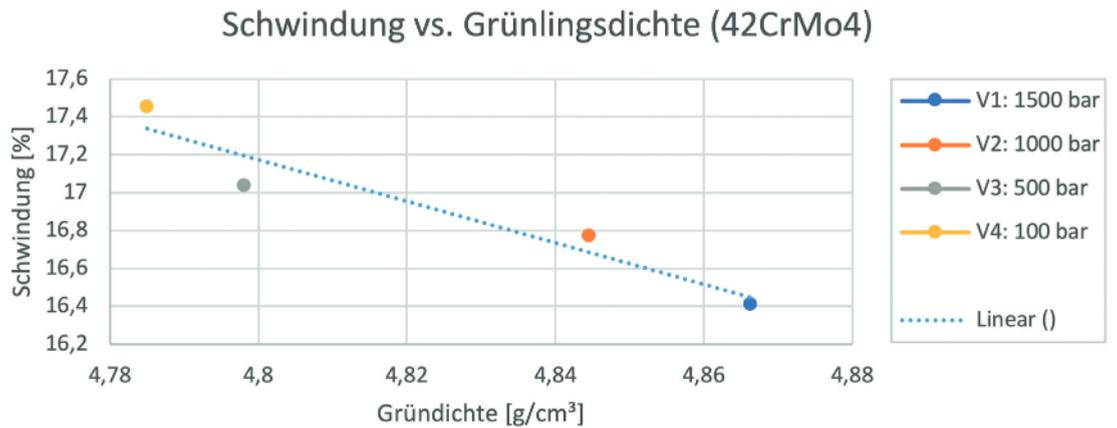


Abbildung 5: Breitenmessung nach Sinterung an 3 Stellen je Segment

Unter Bezug auf die Maße der Spritzgussform (20 mm Breite) wird anschließend die prozentuale Schwindung, als Folge des Sintervorgangs, berechnet. Das Ausmaß der Schwindung ist von dem während der Fertigung verwendeten Nachdruck abhängig. Je höher der Druck, desto höher die Grünlings-

dichte und umso geringer ist die Schwindung beim Sintern. Zwischen Grünlingsdichte und Schwindung im Sintervorgang besteht ein gegenläufiger Zusammenhang.

Abbildung 6:
Schwindung nach
Sinterung als Folge
der Gründichte
für 4 Proben bei
100 ... 1500 bar
Nachdruck



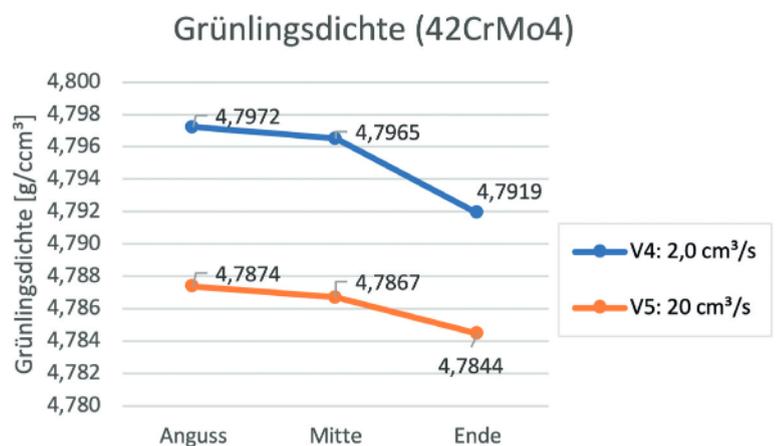
Die Schwindung bei unterschiedlichen Nachdruckeinstellungen ist durch Dichtemessung der Grünteile gut vorhersagbar (Abbildung 6: V1 bis V4).

Analog ist zu erwarten, dass ein am segmentierten Grünteil gemessener Dichtegradient nach dem Sintern als Gradient der Schwindung sichtbar wird. Die Genauigkeit des hier genutzten einfachen Messmittels zur Breitenmessung beträgt jedoch nur ca. 100 µm. Die geringen Schwindungsunterschiede von ca. 50 µm zwischen einzelnen Segmenten eines Bauteils konnten somit nicht hinreichend genau erfasst werden.

In einer weiteren Versuchsreihe wurde die Einspritzgeschwindigkeit der Anlage in 2 Stufen variiert und die Form auf 100 % befüllt, ohne einen Nachdruck anzuwenden.

Hier widerspiegelt die Messung das erfahrungsbasiert erwartete Verhalten. Die Dichte in den Segmenten nimmt vom Anfang zum Ende hin ab (Abbildung 7). Aufgrund des fehlenden Nachdrucks ist die Dichte der Proben V5 und V6 auf dem vergleichsweise geringen Niveau der Probe V4, welche mit einem niedrigen Nachdruck von 100 bar gefertigt wurde.

Abbildung 7: Gründichte in der Abhängigkeit
des Einspritzgeschwindigkeit (ohne Nachdruck)



4. Fazit und Ausblick

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Möglichkeit der Dichtebestimmung von Grünlingen mit Hilfe der automatisierten Dichtewaage eine Optimierung des Fertigungsprozesses im Bereich des Metallpulverspritzguss darstellt. Durch die Untersuchung der Grünteile können bereits vor dem Sintern Aussagen über das Schrumpfverhalten und mögliche auftretende Sinterverzüge getroffen werden. Dies ermöglicht eine ressourcenschonende Prozesseinstellung mit geringerem Zeit- und Energieaufwand und bietet dabei eine höhere Wirtschaftlichkeit. Insbesondere das Vermeiden von Testsinterfahrten sorgt für eine deutliche Reduzierung von Ausschuss und Kosten. Die Grünlingsdichtemessung beim MIM-Verfahren wird zukünftig an Bedeutung gewinnen, da diese zum nachhaltigen und wirtschaftlicheren Produzieren beiträgt.

In weiterführenden Untersuchungen sollen die hier erzielten Ergebnisse an einem größeren Probensatz validiert werden. Auch der Zusammenhang zwischen Gradienten in der gemessenen Grünteildichte und geometrischen Schwindung innerhalb verschiedener Abschnitte eines gesinterten Bauteils ist Bestandteil weiterer Versuchsreihen.





Wir bedanken uns herzlich für Ihr Interesse.
Sollten Sie Fragen, Anregungen oder Wünsche
haben, beantworten wir diese sehr gerne.

Kontaktieren Sie uns!

DIMENSIONICS DENSITY

Neubrandenburger Str. 40A
18196 Kessin bei Rostock

Tel. 038208 - 821705

E-Mail info@dichtewaage.de

www.dichtewaage.de

www.dimensionics.de

