پرس داغ

استفاده همزمان از P و T منجر به افزایش تحرک ذره و تنش القلیی درون پودر یا قطعه شکل داده شده می شود وسریعا **کینتیک متراکم** شدن را شتاب می بخشد.

محاسبات نشان می دهد که سرعت متراکم شدن می تواند تا ۱۲ برابر با استفاده از فشار مکانیکی در حین سینترینگ افزایش یابد.

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

پرس داغ – مزایا

مهمترین مزایای HP

۱ – افزایش سرعت متراکم شدن

۲–رسیدن به دانسیته بالا

۳–ریز ساختار ریز و همگن با دانسیته بالا در دمای پایین تر و سیکل زمانی کوتاه تر

۴–ایجادریز ساختار هایی با اندازه ذره و توزیع و اندازه تخلخلهای مشخص

۵–توانایی ایجادبدنه هایی با سطح مقطع بزرگ که بطور نرمال غیر قابل سینترند

یادآوری

همچنان که قبلا نیز اشاره شد پودر های اولیه در HP لازم نیست سطح ویژه بالایی داشته باشند.

ceramic.blog.ir

پرس داغ - معایب

۱-نیاز به اعمال فشار در حین حرارت دادن بنابراین کوره های همراه با این تجهیزات هزینه بر بوده و در مقایسه با ساخت سرامیک های سنتی قابل مقایسه نیست.

۲- محدودیت در شکل دادن

بدلیل اینکه فشار از یک یا دو جهت اعمال می شود شکل های قطعات به صفحات ،دیسکها و سیلندر ها محدود می شود.

نسبت L/D کمتر از ۲ است، اما حداکثر مقدار تقریبا ۴ است.

۳-در اغلب موارد نیاز به اتمسفر کنترل شده دارد

محفظه کوره HP می تواند تحت فشار مثبت یا منفی ۰.۱ MPa تا ۱ atm باشد

اکثر کوره های HP بصورت جعبه ای هستند و تحت اتمسفر غیر اکسیدی کار می کنند.

ceramicblog.ir

پرس داغ

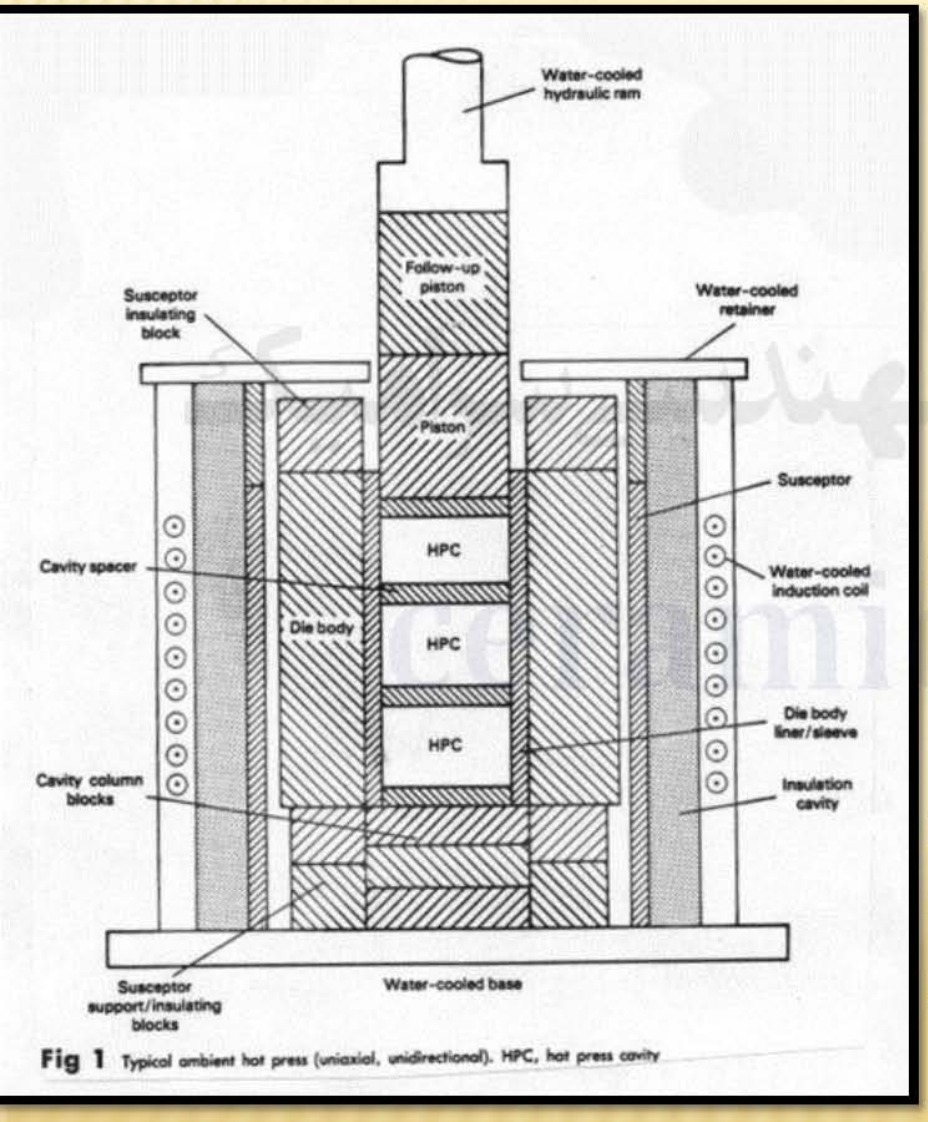


Fig 1 Typical ambient hot press (uniaxial, unidirectional). HPC, hot press cavity

این کوره ها بصورت **القایی یا مقاومتی** گرم می شوند و از کربن سیاه برای عایق واسط استفاده می کنند.

کوره ها در اندازه های آزمایشگاهی تا قطر ۹۱.۵ cm قابل تولید هستند.

اغلب اجزای HP با آب خنک می شوند.(از طریق سیم پیچ و لوله های فلزی).

دمای HP ممکن است تا ۲۵۰۰ درجه و بالاتر هم استفاده شود اما در اغلب موارد دمای ۱۴۰۰ تا ۲۰۰۰ درجه استفاده می شود (قالب و سمبه گرافیتی).

پرس داغ

اتمسفر:

هلیم،نیتروژن یا خلا

برای اتمسفر اکسیدی مانند هوا یا O_2در کوره از المنت های پلاتین که دور دیرگداز Al_2O_3 پیچیده شده(یا المنت های SiC) استفاده می شود.

نسبت متراکم شدن تابع دانسیته بالک پودر یا قطعه شکل داده شده اولیه و مقدار جابجایی سمبه (از طریق مقایسه ارتفاع اولیه پودر یا قطعه شکل داده شده اولیه به ارتفاع ماده با دانسیته تئوری) پس از متراکم شدن کامل است

نسبت تراکم برای اغلب پودر ها بین ۲ تا۳به ۱ است.در برخی موارد نسبت ۸ به ۱ است.

ceramic.blog.ir

قالب HP

گرافیت مرسوم ترین ماده برای قالب HP است.

مزایای گرافیت

۱ – ماشین کاری راحت

۲–نسبتا ارزان است

۳– در دمای اتاق استحکام مکانیکی متوسط دارد بطوریکه استحکام با افزایش دما افزایش یافته تا ۲۵۰۰ درجه مقاومت در برابر خزش خوبی دارد.

۴–هدایت حرارتی عالی

۵–ضریب انبساط حرارتی کم در محدوده وسیعی از دما

۶– راحت باز شدن قالب پس از سیکل سرمایش در فرایند HP

ceramic.blogfa

پرس داغ – قالب HP

انواع مختلفی از گرافیت بطور تجاری در دسترس هستند که از لحاظ تاریخچه حرارتی با هم متفاوتند. **گرافیت معمولی متراکم شده با پرس ایزواستاتیک** که دانه ریز و با استحکام بالا هستند.این نوع گرافیت از نوع مهندسی است و بعنوان بدنه های قالب و سمبه کارایی دارند.

گرافیت اکسترودی، **پرس شده** یا **قالب گیری تزریقی** که ضعیف تر،بافت درشت تر، با دانه ای درشت تر با انیزوتروپی شدیدتر(از دید گاه خواص)

ceramic.blog.ir

پرس داغ – ضعف قالب HP

۱–از ضعف های اساسی گرافیت **کم بون مقاومت در برابر اکسیداسیون** است بطوریکه فقط در اتمسفر نیتروژن، خنثی یا خلا کاربرد دارد.

۲–بر هم کنش و واکنش پذیری گرافیت با بدنه(هوای باقیمانده اتمسفر باید مقداری CO داشته باشد)

فویل های تانتالم،مولیبدنیم و تنگستن بعنوان ماده آستری در گرافیت ها و **BN**بعنوان شستشو دهنده استفاده می شود.

بنابراین در برخی از سرامیک ها و بویژه اکسیدی ها از لحاظ ترکیبی و استوکیومتری در حین فرایند ساخت دچار تغییراتی می شوند.

ceramicblog.ir

پرس داغ – قالب HP

قالب های کاملا متراکم شده **آلومینا** و **کاربید سیلیسیم** در اتمسفر های اکسیدی استفاده می شوند.

هر دو از مقاومت در برابر اکسیداسیون بالایی برخوردار هستند.

استحکام دما بالای عالی و مقاومت در برابر خوردگی خوب آلومینا تا ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد و SiC تا ۱۴۰۰

MgO ذوب شده یا ZrO_2 بعنوان عامل جدا کننده پودر از دیواره قالب برای جلوگیری از واکنش یا ایجاد جوش (اتصال) استفاده می شود.

ceramic.blogfa

پرس داغ – انتخاب پودر

انتخاب پودر

عموما بر اساس متوسط اندازه ذره و توزیع اندازه ذرات ،سطح ویژه،خلوص شیمیایی و ... انتخاب می شود.

سایر عوامل شامل اندازه بلور،،مورفولوژی،شکل ذره، حداکثر اندازه ذره و دانسیته بالک می باشد.

در بسیاری از پودر ها لازم است از افزودنی ها به شکل کمک سینتر ،برای جلوگیری از رشد افراطی دانه ها یا مواد بعنوان فاز ثانویه استفاده شود.

ceramic blog.ir

پرس داغ – انتخاب پودر

افزودنی ها

اکسید ها،کاربید ها،نیترید ها و بورید ها بعنوان افزودنی استفاده می شوند.

بدنه سرامیک	کمک سینتر	کاهنده سرعت رشد
Al2O3	CaO,Y2O3	MgO,NiO,Y_2O_3,SiC, ZrO_2
BeO	Li2O	SiC,C
MgO	LiF	--
Y2O3	La2O	--
Si3N4	Y2O3	--
AlN	Y2O3	--
BN	B2O3	--
B4C	Al,BeO,B4C,AlN	ZrC,SiC

ceramic blog.ir

پرس داغ – انتخاب پودر

مشخصات پودر

اندازه پودر در همه حالا باید **کمتر از ۳۲۵ مش** باشد یعنی بزرگترین اندازه ذره به **۴۴μ** نرسد.

بطور ایده ال میانگین اندازه ذره بین **۰.۱ و ۱.۵μ** است.

یک توزیع نسبتا وسیع از ذرات نزدیک متوسط ذره برای رسیدن به دانسیته خام بالا لازم است.

البته ذراتی که ۲ تا ۴ برابر درشت تر از پودر های سبتری معمولی هستندمی توانند برای HP استفاده شوند.

اگر تمامی پارامتر های پودر های مورد استفاده در روش HP و سبتتر معمولی یکسان باشد برای تولید یک محصول مشابه به روش HP پودر با اندازه ذره **۱–۲μ** لازم است اما برای سبتتر معمولی **۰/۵μ** لازم است.

ceramic blog.ir

تغذیه پودر

پس از انتخاب پودر یکنواخت وارد کردن پودر به قالب لازم است.

یکی از تکنیک های مرسوم آزمایشگاهی وارد کردن سیستم پودر به قالب بصورت مکانیکی ،هواگیری کردن و پرس سرد که دانسیته خام را بهبود می بخشد.

اگر لایه های اضافی برای برای تولید لازم باشد یک spacer بین لایه ها کار گذاشته شده و فرایند پرس انجام می شود.

امتیاز این تکنیک سادگی و راحتی است اما ممکن است مشکلاتی مانند عدم یکنواختی و دانسیته خام بوجود آید.

ceramic.blog.ir

پرس داغ – بارگذاری پودر

دانسیته خام مستقیما به نسبت تراکم پذیری بر می گردد بنابراین برای راندمان تولید HP از **بیان حجم محصول تولید** شده در سیکل HP استفاده می شود.

برای داشتن راندمان بالاتر ابتدا پودر **در فشار ها ی بالا پرس شده**،CIP یا از **روش تزریقی** استفاده می شود.

ceramic.blog.ir

پرس داغ – بارگذاری پودر

برای مثال برای پودر SiC با میانگین اندازه ذره ۰/۴µ و سطح ویژه 6 m2/g می تواند در قالب گرافیتی براحتی در MPa ۱۰ پرس شده و به ۳۵% دانسیته تئوری در حالت خام برسد.

همین پودر مشابه وقتی که **تزریق می شود به ۶۱%** دانسیته می رسد.

دانسیته های بالا تر منجر به افزایش راندمان HP در حدود ۵۰% می شود.

اثرات اصطکاکی بین قالب و ماده فشرده شده تحت عنوان side-wall drag شناخته شده که منجر به ایجاد گرادیان های فشاری در سطح مقطع نمونه می شود.

این گرادیان فشاری می تواند در سطح مقطع ماده ایجاد ترک نموده (در نتیجه گرادیان های دانسیته) و نمونه تخریب و معیوب شود.

این نوع تخریب را می توان با پودر ها یا بدنه های پیش شکل داده شده با نسبت های فشردگی بالا جلوگیری نمود.

مکانیزم متراکم شدن در HP

متراکم شدن در HP فرایندی است متشکل از :

1. آرایش مجدد ذرات
2. ویسکوزیته فلو و پلاستیک فلو
3. انتقال نفوذی
4. خزش

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک

متغیر های اولیه در ارتباط با متراکم شدن در HP عبارتند از t، T و P که عموما مهمترین آنها یعنی T مورد توجه است.

ceramic.blog.ir

وقتی دمای HP ماده ای مشخص نیست، ۲/۳ دمای ذوب بطور تقریب استفاده می شود.

اما برای مواد با پیوند کوالانسی مانند نیترید ها،بورید ها یا کاربید ها دمای HP معمولا بیشتر از نسبت گفته شده است.

متراکم شدن در HP

HP می تواند در شرایطی اعمال شود که دمای سینتر تقریبا ۲۰۰ درجه کمتر از حالت بدون فشار باشد.

روشهای تعیین شرایط بهینه HP

۱-تکنیک ایزوترم

تکنیک ایزوترم که شامل یک سری HP کردن در مجموعه ای از دماهای ایزوترم مختلف است.

حرارت دهی با سرعت گرمایش ثابت ⟸ نگهداری در دمای HP ⟸ اعمال فشار

تعیین زمان مورد نیاز برای رسیدن به دانسیته نسبی ⟸ انتخاب محل تغییر شیب

متراکم شدن در HP

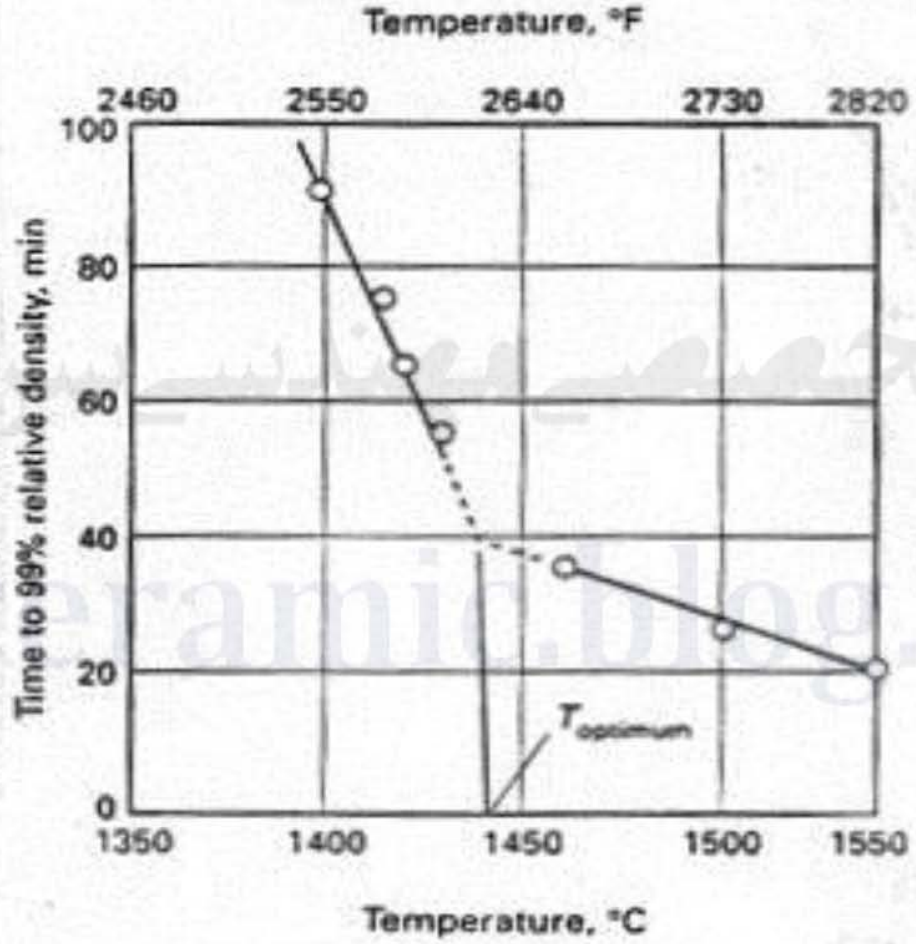


Fig 3 Optimum hot pressing temperature derived from isothermal data for a commercial Al_2O_3 powder

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

متراکم شدن در HP

2-روشCTP

تکنیک دیگر برنامه افزایش دمایی یا CTP (climbing temperature program) است که می توان همان اطلاعات را با تعداد آزمایشات کمتر بدست آورد.

دراین تکنیک لازم است **فشار کامل اعمال شده** (در دمای اتاق) سپس **دما** با سرعت آرام **افزایش** یابد تا زمانی که به **تراکم کامل** برسد.

تراکم کامل زمانی فرض می شود که حرکت خطی پیستون متوقف شده باشد(در یک فاصله زمانی مشخص).

متراکم شدن در HP

اطلاعات فشردگی با روش CTP(دانسبته بر حسب زمان در فشار ثابت)

سه مرحله متراکم شدن را نمایش می دهد.

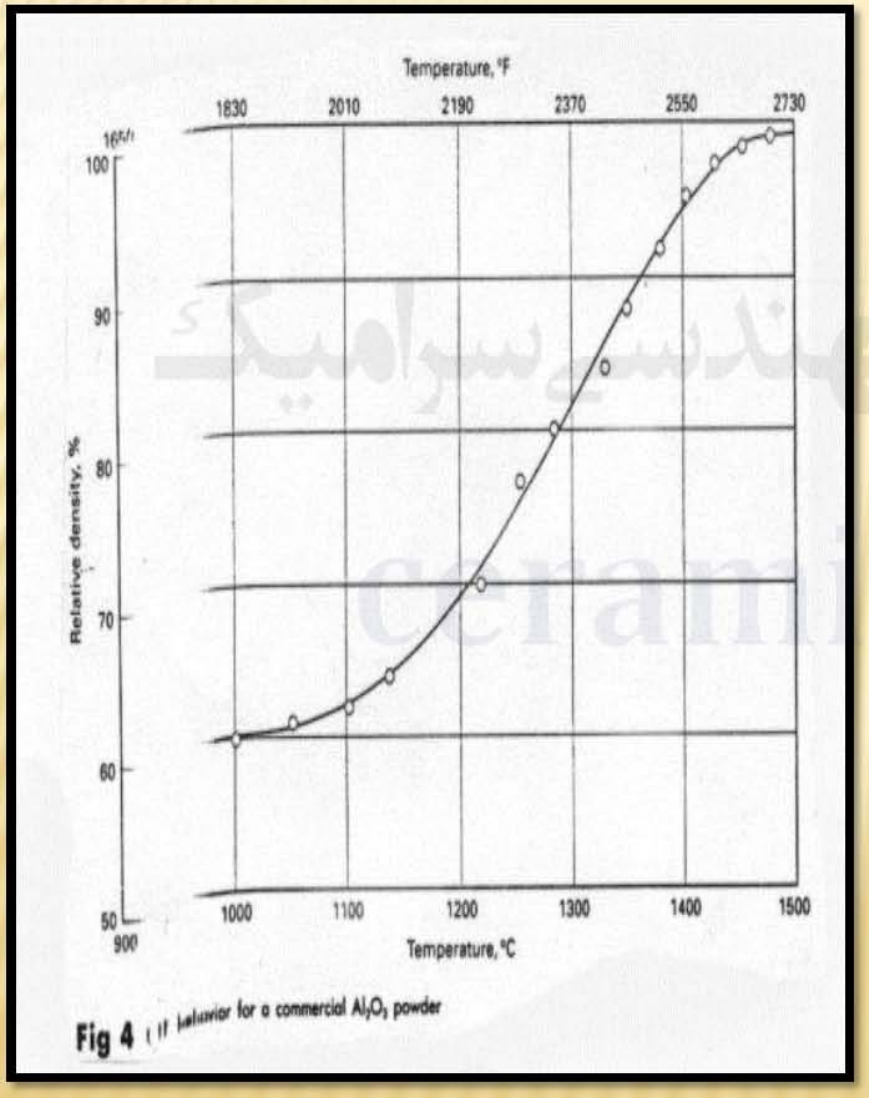


Fig 4 (behavior for a commercial Al_2O_3 powder

مرحله دوم نمودار تقریباً خطی است و با استفاده از تکنیک رگرسیون fit می شود.

رابطه خطی منتج شده برای پیداکردن دمای فشردگی ایزوترم است.

HP زیر دمای بهینه شده حاصل از روش CTP انجام می شود.

اگر در شرایطی بالای دمای تعیین شده HP استفاده شود ،متراکم شدن نسبتاً سریع ،اما موادی حاصل می شوند که از لحاظ ویژگیهای مکانیکی پایین تر و ریز ساختار درشت تری دارند.

ceramic.blog.ir

متراکم شدن در HP-مقایسه ایزوترم و CTP

گرچه این تکنیکها می توانند دماها و زمان های HP موثر را معرفی کنند اما نمی توانند یک روش بهینه شده برای فشار اعمالی در حین HP کردن ارائه دهند.

بعد رسیدن به دمای مورد نظراعمال فشار کامل در حین HP کردن (تکنیک ایزوترم) ممکن است موقعیت قالب گرافیتی را در حالت ریسک قرار دهد و از حذف گازهای جذب شده و محبوس شده جلوگیری کند،

*اعمال یکباری فشار زمانی که به دما می رسد (تکنیکCTP) ممکن است کینتیک متراکم شدن را(از طریق تشکیل گردنه)به تعویق اندازد.

پروفیل و الگوی دما-فشار تابع ویژگی های پودر بوده و در بهترین حالت برای هر سیستم بطور تجربی تعیین می شود.

متراکم شدن در HP به روش تجربی

Leipold(۱۹۸۶) پیشنهاد داده که **۱/۳ حداکثر فشار** در **۱/۲ دمای** HP اعمال شود، سپس فشار بطور خطی افزایش یافته و قبل از اینکه به حداکثر دما برسد فشار به حداکثر بار رسیده باشد

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

شکل دادن پیشرفته سرامیکها

جلسه دهم

ویژگی های محصول HP شده

HP منجر به ایجاد محصولی با یکنواختی بالا، ریز ساختار با ذرات ریز و نزدیک به دانسیته تئوری می شود.

مواد می توانند بدون استفاده از کمک زینترها یا همراه با آنها متراکم شوند، ریز ساختار با بافت ریز نیز بدون استفاده از عوامل کند کننده رشد دانه ها قابل تهیه هستند.

امتیازات فرآیند :استحکام، تافنس شکست، سختی، هدایت حرارتی و مقاومت در برابر خزش همچنین در مواردی خاص برای ویژگی های خاص نظیر ترانسپارنسی فقط با استفاده از HPکردن برخی مواد قابل حصول است

بعلاوه طبیعت ریزدانه مواد HP شده اجازه عدم ماشین کاری محصولات را می دهد

ویژگی های محصول HP شده

خواص الکتریکی بویژه در سرامیکهای فریتی و فروالکتریکی بشدت تابع دانسیته ، ریز ساختار است (مانند اثر اندازه ذرات).

برای مثال ثابت دی الکتریک، پلاریزاسیون باقی مانده و نسبت چهار گوشی همگی با افزایش دانسیته سرامیک فروالکتریکی افزایش می یابد.

میدان پسماند coercive و Q مکانیکی کمتر توسط دانسیته تحت تأثیر قرار می گیرند اما بشدت توسط اندازه ذره تحت تأثیر قرار می گیرند

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

ویژگی های محصول HP شده

کمک زینترها معمولاً در محصول نهایی بصورت فاز ثانویه (بصورت فازهای مرزدانه ای) باقی می مانند که کارایی ماده را بویژه در دماهای بالا تحت تأثیر قرار می دهند.

با حذف یا حداقل نمودن فاز ثانویه استفاده در دمای بالای ماده طولانی تر شده و کاربردهای ویژه ماده توسعه بیشتری پیدا کند (خوردگی و گسیختگی).

ویژگی های محصول HP شده

برخلاف سینترینگ پودر، HP می تواند ویژگی های جهت دار را با مکانیزم جهت گیری دانه ایجاد کند.

ویژگیهای جهت دار در سیستم های پودری با شکل دانه های میله ای، تیغچه ای یا صفحه ای رخ می دهد.

بنابراین ریز ساختارمنتج شده جهتدار می شود و در نهایت خواص ایجاد شده در جهت های مختلف در بدنه سرامیکی تابع جهت می شود.

این اثرات به وضوح در مورد ویسکر های کامپوزیتی Al_2O_3-SiC و Si_3N_4-SiC مشاهده می شود

ceramic.blog.ir

ویژگی های محصول HP شده

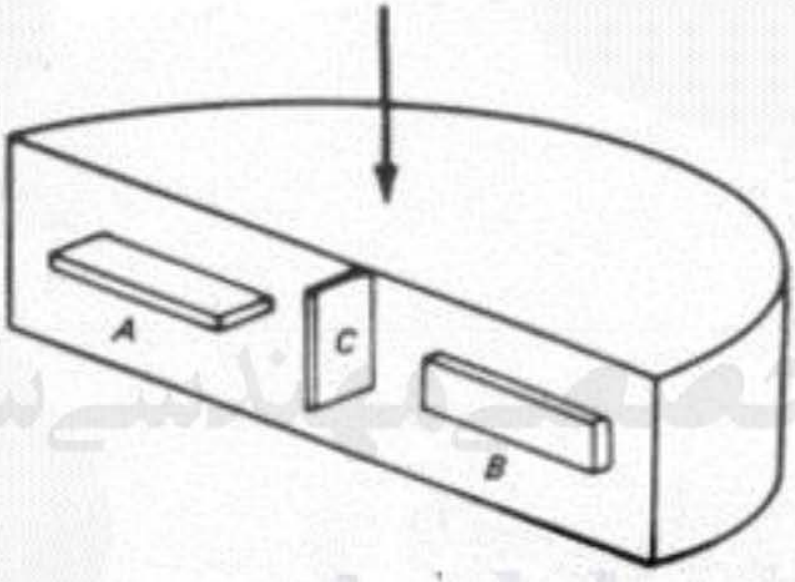
بعنوان مثال تافنس شکست برای **۳۰% حجمی ویسکر** SiC که Al_2O_3 را تقویت کرده تا **۸۰% در جهت موازی با جهت HP شدن** افزایش می یابد(نسبت به جهت عمودی).

سایر خواص مانند استحکام شکست، سرعت صوت و مقاومت حجمی همان خواص را در جهت مشابه دارد.

جهت گیری ترجیحی می تواند در سیستم هایی که سینترینگ در حالت مایع را تجربه می کنند رخ دهد
در اثر انحلال – تبلور مجدد برای مثال در مورد SiC در حین تبلور مجدد، SiC به شکل میله های هگزاگونال با aspect ratioهای مختلف ایجاد می شوند.

میله های با نسبت aspect بزرگ خود را بصورت تصادفی در صفحه عمد بر محور HPشدن قرار داده بنابراین خواص جهتی ایجاد می کنند.

طبیعت انیزوتروپی SiC ، HP شده در شکل ۵ آمده است.



	A	B	C
Average four-point bend strength, MPa (ksi)	876 (127)	762 (110)	713 (103)
Standard deviation, MPa (ksi)	105 (15.3)	142 (20.6)	92 (13.3)

Fig 5 Variations in strength of Si_3N_4 as a function of hot press direction (after D.W. Richerson, Ref 5)

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

ویژگی های محصول HP شده

جدول ۲ فهرست خواص خواص حرارتی و مکانیکی بدنه های HP شده را نمایش می دهد.

استحکام شکست مربوط به نمونه هایی است که از جهت بزرگشان برش داده شده اند(A)

Table 2 Typical properties of hot pressed ceramics

		Mechanical									Thermal			
		Modulus of rupture(a)		Modulus of elasticity		Fracture toughness		Poisson's ratio	Knoop hardness		Coefficient of thermal expansion,	Conductivity		Thermal shock parameter,
Ceramic	Density, g/cm³	MPa	ksi	GPa	10⁶ psi	MPa√m	ksi√in.		GPa	10⁶ psi	10⁻⁶/K	W/m·K	(Btu·in./h·ft²·°F)	ΔT_c
Si_3N_4	3.30	850	125	310	45	6.1	5.6	0.27	14.7	2.13	3.4	29.5	205	700
Al_2O_3-SiC$_w$	3.64	640	95	390	56	7.7	7.0	0.23	17.6	2.55	5.9	35	245	900
Al_2O_3-TiC$_p$	4.26	760	110	395	57	4.5	4.1	0.22	18.1	2.63	8.0	40	275	300
SiC	3.18	610	90	430	62	5.2	4.7	0.17	24.5	3.55	4.5	110	760	440
TiB_2	4.43	345	50	540	78	5.0	4.6	0.11	26.5	3.84	8.2	75	520	200
B_4C	2.48	350	51	470	68	3.5	3.2	0.17	28.4	4.12	5.6	16	110	200
Al_2O_3	3.98	550	80	390	56	4.5	4.1	0.23	15.2	2.20	8.1	29	200	150
AlN	3.25	300	45	318	46	4.5	4.1	0.25	13.5	1.96	5.6	180	1245	550

(a) Measured in strong direction

شکل دادن پیشرفته سرامیکها

جلسه یازدهم

کاربردها

B_4C و h-BN با این روش قابل تولید هستند، همجنس الماس و C-BNقابل تولید هستند.

این مواد برای مقاومت سایشی بالا مثل نازل های پاشش ماسه و صفحات مقاوم در برابر سایش

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

h-BN یک سرامیک نرمی است که از ویژگی روانسازی عالی، هدایت حرارتی بالا، ثابت دی الکتریک نسبتا کم و مقاومت الکتریکی بالا

پودر HP شده BN می تواند بعنوان پر کننده برای رزین ها یا بعنوان روانساز (گرافیت سفید) استفاده شود.

کاربردها

پنجره های اپتیکی:

با توجه به اینکه روش HP یکی از فرایند های است که می توان قطعه ای با دانسیته نزدیک دانسیته تئوری تهیه کرد لذا برای ساخت موادی که بتوانند طول موج های مختلف نور را از خود عبور دهند نیز استفاده می شود.

در مواد پلی کریستالین تک فاز در دانسیته تئوری نه تخلخل دارند و نه فاز های مرز دانه که نور را متفرق کنند و عبور را کاهش دهند.

یک محدوده وسیع از کاربرد های این تکنولوژی برای تولید پنجره در ابتدای محدوده IR

این گروه از ماده که با روش HP بدست می آیند عبارتند از: MgF_2، ZnS، ZnSe.

محلول جامد Y_2O_3 و اسپینل $MgO.Al_2O_3$ برای تولید قطر بزرگ پنجره های نازک مورد استفاده در محدوده نور مرئی HP شده اند.

کاربردها

زره های سرامیکی:

$HP\text{-}B_4C$ بعنوان زره سرامیکی سبک در صنایع نظامی

بهترین کاربرد در این خصوص صفحات بزرگ و نازک HP شده بدلیل دانسیته تئوری پایین از این ماده سبک بعنوان زره سرامیکی

سایر مواد HP شده مانند TiB_2 و SiC نیز از جمله مواد زرهی مفید هستند.

حتی Al_2O_3 در اغلب موارد با روش سینتر بدون فشار ساخته می شود.اما ترجیح بر این است که برای زرهHP شود(بویژه در صفحات بزرگ و نازک).

AlN و بویژه کامپوزیت های بر پایه Al_2O_3 بعنوان زره قابل توجه هستند.

کاربردها

ابزار آلات برش:

یکی از اولین موادمفید در این زمینه کامپوزیت سرامیکی Al2O3 و TiC است.

سایر مواد HP شده که از ویژگیهای عالی برای ابزار برش ساخته شده اند عبارتند از Si3N4، محلول های جامد Si3N4-AlN-Al2O3.

همچنین ویسکرهای SiC تقویت کننده آلومینا بصورت کامپوزیت یکی از کاربردهای وسیعی است که در ابزار آلات برش مطرح شده اند.

ceramic.blog.ir

کاربردها

ابزار ها:

استحکام، تافنس، مقاومت در برابر ساییدگی و ریزساختار ریزدانه ،سرامیک های HP شده آنها را برای ساخت قالب ها بویژه در مواردی که ساییدگی، خوردگی و فرسودگی در مورد انها مطرح است (بعنوان مثال کامپوزیت های SiC – Al2O3 برای ساخت قالب های فرم دهی

SiC و Al2O3، HP شده بعنوان بدنه قالب برای HP کردن الکترواپتیک و پیزوالکتریک ها در اتمسفر اکسیدی

ceramic.blog.ir

کاربردها

Sputtering targets

دیسک های نازک با قطر بزرگ که HP شده اند متناوبا بعنوان رسوب دهی در خلا در صنعت نیمه هادی ها استفاده می شوند.

این دیسک ها بعنوان sputtering شناخته شده اند که بایستی متراکم و محکم باشند.

Cr-SiO (کرومیم–سیلیکون مونوکسید) یکی از تارگت های HP شده مورد استفاده در ساخت رزیستور های لایه نازک می باشد.

سایر مواد تارگت شامل TiN، B_4C، Al_2O_3 می باشند.

کاربردها

اجزای موتور های احتراقی **Heat Engine Components**

اجزای موتور های احتراقی در کاربردهای متنوعی استفاده می شوند، مانند موتور های توربین گازی و موتور های دیزلی که نیاز به موادی است که بتواند توانایی کار در دمای بالا را داشته تا اینکه به راندمان کارنو برسند (سیکل کارنو).

مواد ویژه با نقاط ذوب بالا، مقاومت عالی در برابر شک حرارتی، استحکام بالا، مقاومت به خوردگی و فرسودگی خوب، پایداری در برابر اکسیداسیون و مقاومت مناسب در برابر خزش همگی عوامل لازم برای ساخت اجزای مورد استفاده در موتور های احتراقی است که بتوانند این شرایط بحرانی را تحمل کنند.

Si_3N_4 و SiC، HP شده بعنوان Vanes توربین،، پیستون، Valve و ... استفاده شده است.

کاربردها

اجزای صنعت هسته ای

پسماند های سمی قابل سوخت (Burnable Poisons) مانند $B4C-Al_2O_3$، سوخت های قابل اشتعال، مانند اکسید یوروپیوم(Europium)–اورانیوم(Uranium) و مخلوط سوخت–moderator مانند اورانیوم – برلیا (BeO)

ceramic.blog.ir

کاربردها

بلبرینگ های سرامیکی

می توانند با مقادیر خیلی کم یا بدون روانساز در محیط های خشن کار کنند

بهترین ماده برای این کاربرد Si_3N_4 است.

ضریب اصطکاک کم، ضریب انبساط حرارتی کم، استحکام بالا، مدول الاستیک متوسط، سطح کاری عالی، سبکی و مقاومت در برابر اکسیداسیون و محیط های شیمیایی مختلف باعث شده که ماده فوق کاندیدای مناسبی برای رولر و گلوله های بلبرینگ باشد.

کاربردها

جاذب های میکروویو

موادی هستند که در محیط های خلا داخل لوله های میکروویو high power مثل لوله های انتقال موج TWT (traveling wave tubes) برای جذب انرژی ناخواسته استفاده می شوند.

کامپوزیت های مگنزیا–SiC برای این کاربرد توسعه یافته اند

اما Beryllia-SiC اکنون برای اغلب تجهیزات جاذب میکروویو استفاده می شود، در حالیکه Al_2O_3-SiC نیاز کمتربرای این منظور استفاده می شود.

کاربردها

واریستورها

موادی هستند که می توانند مدارهای الکتریکی را از ولتاژهای ناگهانی و بزرگ محافظت کنند.

این مواد یک ولتاژ خیلی بزرگ را تحمل کرده و سریعا مقاومت آنها کاهش یافته و این امر سبب می شود از قطعه الکتریکی محافظت شود

ZnO جزء سرامیک هایی است که حاوی افزودنی های اکسیدی ویژه است و برای واریستور های با راندمان بالا استفاده می شود.

ولتاژ شکست بالا در واریستور های ZnO که از روش HP کردن حاصل می شود بدست آمده است.

کاربردها

مواد الکترواپتیک

موادی هستند که بر اساس اعمال یک میدان الکتریکی جهت پلاریزاسیون خودشان را عوض می کنند.

سرامیک پلی کریستالین تیتانات زیرکونات لانتانیم سرب (PLZT) می تواند با روش HP بصورت ترانسپارنت بعنوان یک عنصر الکترواپتیک عمل کند.

این مواد HP شده کاربردهای وسیعی را پیدا کرده اند بویژه در ساخت محافظ ها و پنجره های شیشه ای در ساخت محافظ های nuclear blast (انفجار هسته ای)، در این کاربرد یک سنسور با یک تغییر ناگهانی در شدت نور باعث می شود صفحه پلاریزاسیون بصورت ناگهانی در یکی از دو بخش به هم متصل شده از PLZT بچرخد.

این سبب می شود که ماده نور خاصی را از خود عبور دهد(سیاه شود)زیرا نور نمی تواند از سطح مقطع پلاریزه شده عبور کند.

کاربردها

فریت ها (Ferrites)

سرامیک های مبتنی بر مینرال مگنتیت (Fe_3O_4) یا فاز اسپینل (M_3O_4 or AB_2O_4) است.

این مواد بطور معمول به روش پرس پودر و سینترینگ تولید می شوند.

بهر حال زمانی که کیفیت و قطعه خوب مورد نیاز است یا یک کنترل ویژه در ریز ساختار نیاز است بعنوان یک مغناطیس مورد استفاده در هد ضبط،

ceramic.blog.ir

کاربردها

تیتانات ها

در هد های ضبط وقتی نیاز به یک کیفیت منفرد است یک پایه غیر مغناطیسی سازگار و پایدار نیاز است.

یک دی الکتریک سرامیکی مثل Al_2O_3 مرسوم سینتری بطور مرسوم و سنتی استفاده می شود.

ضریب انبساط حرارتی Al_2O_3 به حد کافی به فریت نزدیک نیست و Al_2O_3 سینتر شده نمی تواند یک سطح نهایی بالا (با کیفیت) در مقایسه با فریت از خود نشان دهد، هردو عامل مذکور بایستی برای یک نوار مغناطیسی (صاف و صیقلی بودن سطح) وجود داشته باشد.

سرامیک های تیتاناتی از ضریب انبساط حرارتی بسیار نزدیک به فریت برخوردار هستند.

مشاهده شده اگر تیتانات ها HP شوند می توانند به همان صافی سطح فریت ها برسند.
$BaTiO_3$ و $CaTiO_3$ اولین تیتانات هایی هستند که بصورت منفرد یا دوتایی برای کاربرد مذکور استفاده می شوند.

کاربردها

رزیستور ها

در کاربرد های ویژه جایی که توان بالا نیاز باشد، یا رزیستور هایی که به مقاومت شوک حرارتی نیاز دارند کامپوزیت های سرامیکی ساخته شده از مواد غیر معمول تنها گزینه های ممکن هستند.

بدلیل طبیعت ویژه این سرامیک های سازه ای، این کامپوزیت ها باید پرس گرم شوند.

ترکیب های مرسوم که توسعه یافته اند شامل ماتریکس Si_3N_4 است که با ذرات TiB_2، TiC، TiN یا SiC تولید شده اند (همچنین SiC تقویت شده با TiB_2).

ceramic blog.ir

کاربردها

سایر مواد

زمانی که یک کاربرد ویژه برای یک ترکیب اکسیدی پیچیده یا سرامیک های بر پایه شبه فلزات لازم است باید به روش HP ساخته شوند

مثال هایی از این کاربرد ها و سرامیک های مورد استفاده عبارتند از:

- مگنتها (کبالت سماریم، $SmCo_5$)
- ابررساناها (نیوبیوم–قلع، Nb_3Sn)
- ترموالکتریک ها (تلورید سرب، PbTe)
- مواد پیزوالکتریک (زیرکونات سرب، تیتانات، PZT)

ceramic.blog.ir

HIP

این روش از ۱۹۵۵ توسعه یافته، پودر پیش شکل داده شده در محفظه شیشه یا فلزی محبوس می شود (کپسوله می شود) سپس تحت خلاء بسته شده و در محفظه فشار قرار داده می شود (شکل ۹.۶۶).

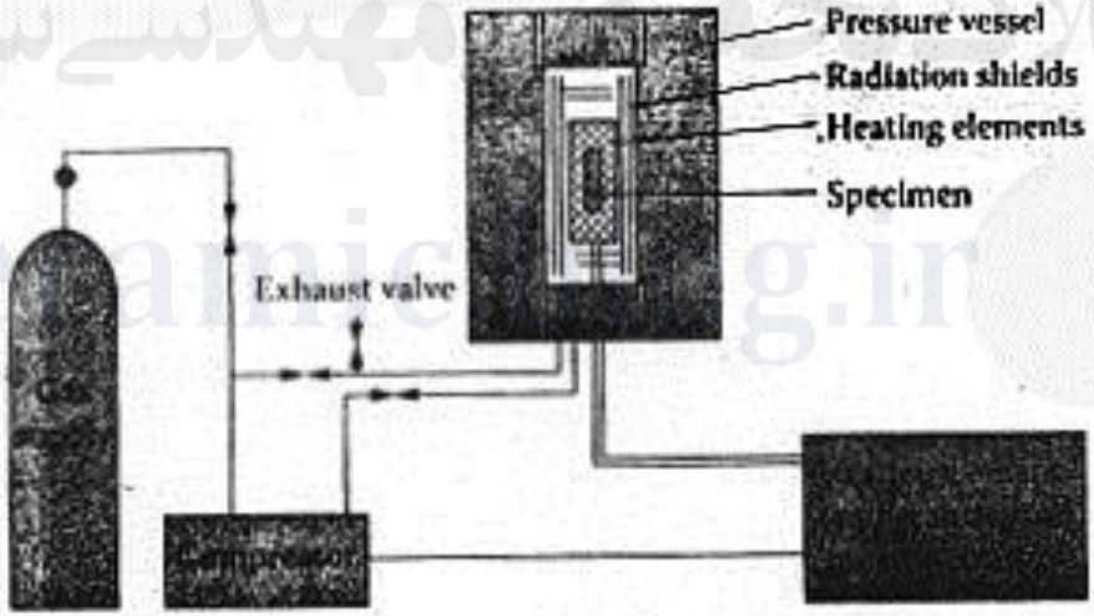


FIGURE 9.66 Schematic of hot-isostatic-pressing equipment. (Courtesy of L.C. De Jonghe.)

HIP

در حالت دیگر نمونه می تواند پیش متراکم شود از طریق سینترشدن

در این زمان فشار گاز بیشتر افزایش یافته و تا Psi ۵۰۰۰۰ رسیده و محفظ کپسول شده اطراف نمونه فشار ایزواستاتیک را به نمونه منتقل می کند.

HIP های مرسوم ممکن است که قطر داخلی آنها به ۱ متر برسد.

عناصر یا المنتهای حرارتی این کوره ها معمولاً **گرافیت، مولیبدنیم، تنگستن، تانتالیم** است.

کیفیت سرامیکهای تولید شده با HIP شاید بهترین حالت در مقایسه با روشهای سینترفشاری باشد بنابراین قالبهای حرارتی نمی تواند فشاری را که HIP اعمال میکند تحمل نماید.

HIP

پیوند های اتمی سرامیک ها منجر به ایجاد خواص مطلوب مانند سختی بالا، سفتی و استحکام در دماهای کاربردی بالا و زمان های طولانی شده است.

آنچه که باعث شده تا ویژگی پیوند های مستحکم ایجاد شود ماهیت پیوند های اتمی است.

اما در اغلب موارد رسیدن به بدنه هایی با دانسیته کامل امکان پذیر نیست.

استفاده از فشار هیدرواستاتیک توام با دمای اعمالی که همان HIP است کلید رسیدن به چنین بدنه هایی است.

HIP

از گاز خنثی مانند Ar (بدلیل قیمت و فاکتور های در دسترس بودن) برای انتقال فشار استفاده می شود.

باید از نفوذ گاز به هر گونه تخلخل و سوراخ به بدنه seal (بسته) شده جلوگیری شود.

فلزات، سرامیک ها یا در اغلب موارد شیشه ها برای کپسول کردن و جلوگیری از نفوذ گاز به بدنه ها استفاده می شود.

ceramic.blog.ir

شکل دادن پیشرفته سرامیکها

جلسه دوازدهم

HIP

بدنه در اثر سینتر اولیه سطح عاری از تخلخل داشته باشد فرایند HIP می تواند بدون استفاده از غلاف یا کپسول انجام شود (**HIP بدون غلاف یا HIP سینتر**).

نیازی به ابزار صلب با استحکام ویژه (ابزارآلات گرافیتی در HP) نیست.

فشار های بالا (۱۰۰ -۳۲۰MPa) تا حوالی ۲۰۰۰ $^{\circ}$c (۳۶۳۰ F) قابل اعمال است.

در حالت ایده آل درفرآیند HIP هیچ تغییر شکلی (تغییر ابعاد) رخ نمی دهد.

ceramic.blog.ir

HIP

بدلیل عدم حضور نیروی برشی در بدنه و **عدم حضور هرگونه اصطکاک دیواره** قالب و فشارهای ۵ الی ۱۰ برابر بیشتر از HP، باعث شده HIP یکی از روشهای عالی برای متراکم نمودن سرامیکها باشد.

امکان ساخت **بدنه های نسبتاً پیچیده** فراهم است.

کپسوله کردن درفرآیند HIP می تواند شکل ظاهری مناسبتری ایجاد کند که در مقایسه با سایر روشهای سینتر برای شکلهای پیچیده بی نظیر است.

ceramic.blog.ir

HIP

با این تکنیک می توان (کپسوله کردن) سرامیکهای متراکم را در دماهای پایین تولید کرد.

حتی در مورد بدنه هایی که در سینتر معمولی نمی توانند به دانسیته کامل برسند (برای مثال پودر Si_3N_4 خلوص بالا بدون استفاده از هیچ افزودنی، برای کامپوزیت های سرامیک-سرامیک با حجم بالایی از ذرات، ویسکرها یا الیاف بلند قابل انجام است).

کاهش دمای سینتر یعنی اینکه رشد دانه ها و واکنشهای ناخواسته قابل کنترل یا اجتناب پذیر است.

کپسوله کردن در HIP منجر به ایجاد ایزولاسیون شیمیایی ماده از گاز می شود.

HIP

*اکتیویته شیمیایی مواد trace در گاز با افزایش فشار افزایش پیدا می کند اگر با استفاده از کپسوله کردن جلوگیری نشود، به سطح بدنه آسیب می رساند.

*محصولات گازی تشکیل شده دربدنه نمی تواند خارج شود(**این یکی از امتیازات بزرگ برای مواد نیتریدی است که تمایل به تجزیه دارد**).

به محض اینکه محصولات گازی به فشار تعادلی برسند تجزیه متوقف می شود.

برای موادی که لازم است محصولات واکنش گازی در آنها حذف شود (قبل از متراکم شدن نهایی) باید تمهیدات لازم قبل از فرآیند انجام شود (برای مثال برداشتن اکسید کربن از سرامیکهای دارای اکسید و کربن).

HIP

HIP بدون پوشش و کپسول اجازه خروج گاز از بدنه پودری را قبل از متراکم شدن و از بین رفتن تخلخلها از سطح می دهد

با مخلوط اکسیژن یا آرگون یا گازهای نجیب برای اکسید زیرکونیم یا ابررساناهای اکسیدی کاندیدها ی برای کنترل شیمی فرآیند هستند.

ceramic.blog.ir

HIP

تجهیزات HIP

محفظه فشار و کوره باید از قابلیت اعمال فشارهای بالا (بصورت ایزواستاتیک) در زمانهای طولانی و دماهای بالا داشته باشد و قابل مانیتورکردن باشد.

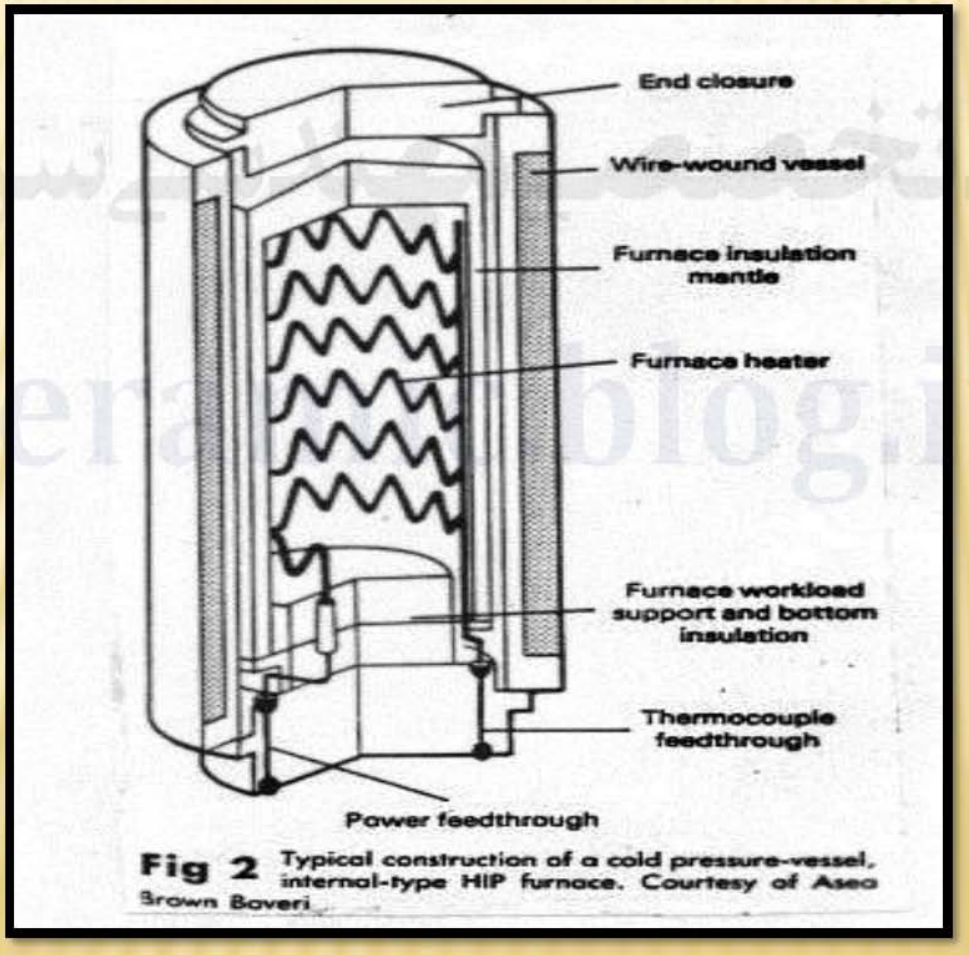


Fig 2 Typical construction of a cold pressure-vessel, internal-type HIP furnace. Courtesy of Asea Brown Boveri

وبلاگ تخصصی سرامیک
ceramicblog.ir

HIP

شرایط دستگاه :**دیواره سرد، دما بالا، کوره با قابلیت خلأ بالا**.

حرارت با کوره الکتریکی که دارای المنتهای مقاومتی است که سپرهای حرارتی عایق دارد اعمال می شود.

در فشارهای کم در کوره های خلأ بالا، بخش عمده حرارت توسط تشعشع منتقل می شود.

در فشار مورد نیاز برای HIP ، **۳۲۰-۱۰۰** Mpa (۴۵-۱۵Ksi) از گازها (معمولاً گاز آرگون و در برخی موارد نیتروژن) برای تولید فشار مورد نیاز استفاده می شود.

HIP

گرادیانهای بالادر چگالی گاز همراه با ویسکوزیته کم گاز در دمای بالا تمایل به ایجاد جریانهای کنوکسیونی را شدید می کند.

.

لایه دیواره عایق حرارتی نازکی که یک فضای کاری بزرگ را در درون محفظه فشار ایجاد می کند می تواند در کنترل اتلاف حرارتی کنوکسیون موثر باشد.

هدایت حرارتی می تواند مکانیزم رفتار حرارتی را کنترل کند و حداقل ضخامت دیواره عایق مورد نیاز را تعیین کند.

HIP

المنتهای حرارتی عموماً از فلزات دیرگداز مانند مولیبدنیم ، گرافیت وکامپوزیت گرافیت–گرافیت تا دمای ۱۴۰۰ °C استفاده می شود.

پلاتینیم در برخی تحقیقات استفاده شده و در برخی موارد در اتمسفر نسبتاً اکسیژنی حدود ۲۰% O_2 و ۸۰% آرگون استفاده شده است

تجهیزات اندازه گیری دما

این منظور از ترکوکوپلهای pt-6rh یا pt-30Rh تا دمای ۱۷۵۰C° و از ترموکوپلهای تنگستن–رنیم تا ۲۰۰۰C° استفاده می شود.

طول عمر ترموکوپل در دمای بالاتر (بالای ۱۶۰۰C° برای پلاتین–ردیوم و بالای ۱۸۰۰C° برای تنگستن–رنیوم) کوتاه تر می شود .

ceramic.blog.ir

HIP

نیترید بور با خلوص بالا که HIP شده و دارای مقادیر بسیار جزئی اکسید بور می باشد، به نظر می رسد که یک انتخاب خوب از یک ماده **عایق** است.

کاربید بور-کربن ترموکوپلهایی هستند که می تواند تا $2400C^{\circ}$ (زمانی طولانی تر در $2200C^{\circ}$) و گرافیت تا $3000C^{\circ}$ (برای زمانهای طولانی تر در $2700C^{\circ}$) قابل استفاده است.

ceramic.blog.ir

HIP

محفظ فشار

از نقطه نظر مسائل ایمنی، محفظه فشار و تجهیزات نصب فشارگاز

مهمترین بخش دستگاه است

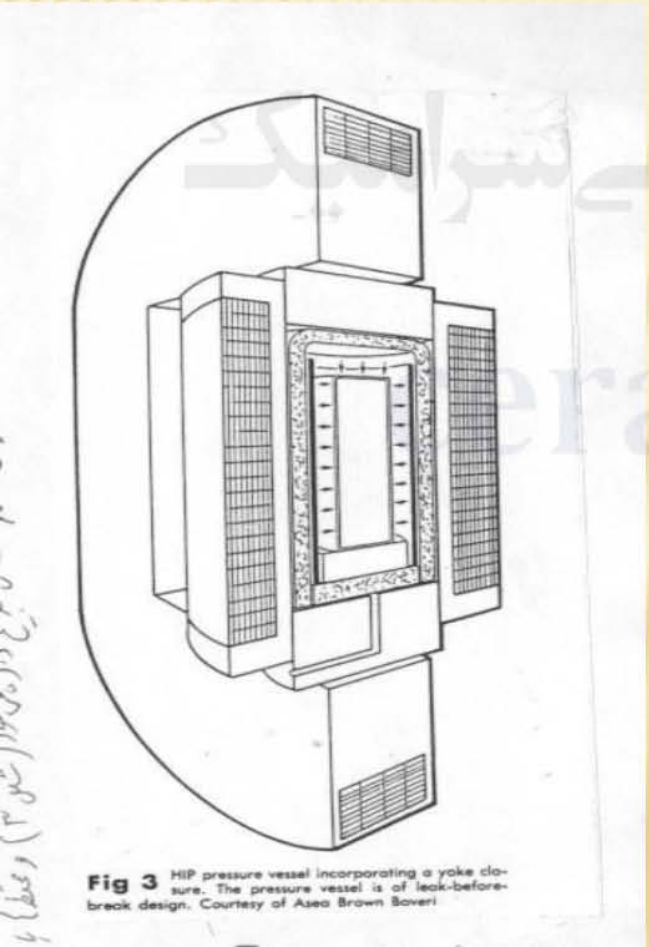


Fig 3 HIP pressure vessel incorporating a yoke closure. The pressure vessel is of leak-before-break design. Courtesy of Asea Brown Boveri

برای حجم بزرگ با فشار بالا بستهای yoke شکل ترجیح داده می شود(شکل ۳).

ceramic.blog.ir

HIP

Fixtures یا نگهدارنده قطعه

ابزارآلات و نگهدارنده ها برای نگهداری قطعه کار با HIP از گرافیت ساخته شده اند.

Traysاغلب برای احاطه کردن و بستن کل قطر قطعه استفاده می شود.

برای واحدهایی با قطر بزرگتر HIP شده، از چندین Trays در هر صفحه بعنوان نگهدارنده استفاده می شود.

گرافیت ممکن است که بر سطح هایی که در تماس با سرامیک است واکنش کند و به این دلیل با یک لایه از BN پوشش داده می شود و در برخی موارد در ترکیب با فویلهای مولیبدن استفاده می شود.

ceramic-blog.ir

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

برای HIP کردن سرامیکها چندین فرآیند مختلف موجود است (شکل ۴).انتخاب روش HIP اثر بسیار شدیدی برخواص بدنه خواهد گذاشت بویژه برای سرامیکهای که دردماهای بالا استفاده می شوند.

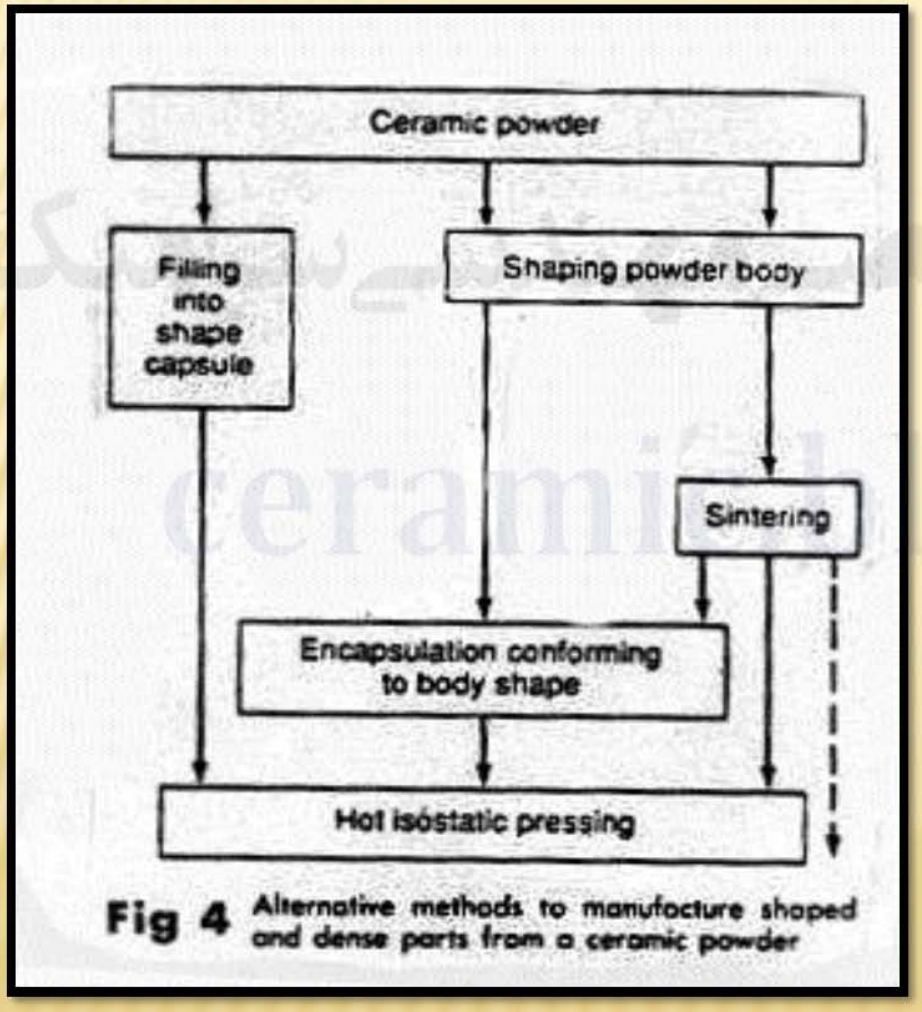


Fig 4 Alternative methods to manufacture shaped and dense parts from a ceramic powder

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

✓پر کردن در داخل کپسول

در سمت چپ شکل ۴ **مرسوم ترین** روش برای ساخت بدنه ها به روش متالورژی پودر است.

در این حالت از صفحات فلزی یا محفظه های شیشه ای استفاده می شود.

این ظروف شکلی مشابه قطعه کاری دارند اما بزرگتر هستند برای حفظ تعادل و بالانس برای **اختلاف بین دانسیته پر شدن و دانسیته نهایی پودر.**

برداشتن کپسول پس از HIP برای چنین موادی می تواند با ماشینکاری همزمان باشد.

این روش HIPبرای ظروف استوانه ای بزرگ از جنس آلومینا در مطالعه ساخت ظروف مقاوم با طول عمر بالا برای مصرف سوختهای هسته ای قابل استفاده است.

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

به عنوان مثال حدود 1600 Kg پودر Al_2O_3 با خلوص ۹۹.۸% درون ظرف فولادی کم کربن به طول 3000mm و قطر 600mm براحتی فشرده می شود.در این حالت یک ظرف **آلومینایی** به قطر 500mmبا تلورانس ۱ تا 2mm قابل تولید است (شکل ۵)

مشکلات مربوط به رسیدن تلورانسهای کمتر مشکل است، زیرا یافتن ماده کپسول مناسب ، محدودیتهای مربوط به اجزای تولیدی سرامیکی که لازم است از دماهای بالا در فرآیند استفاده شود.

مسائل فوق باعث شده در روش HIP محدودیتهای زیادی برای محصولات سرامیکی با شکلهای پیشرفته و پیچیده ایجاد شود.

ceramicblog.ir

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

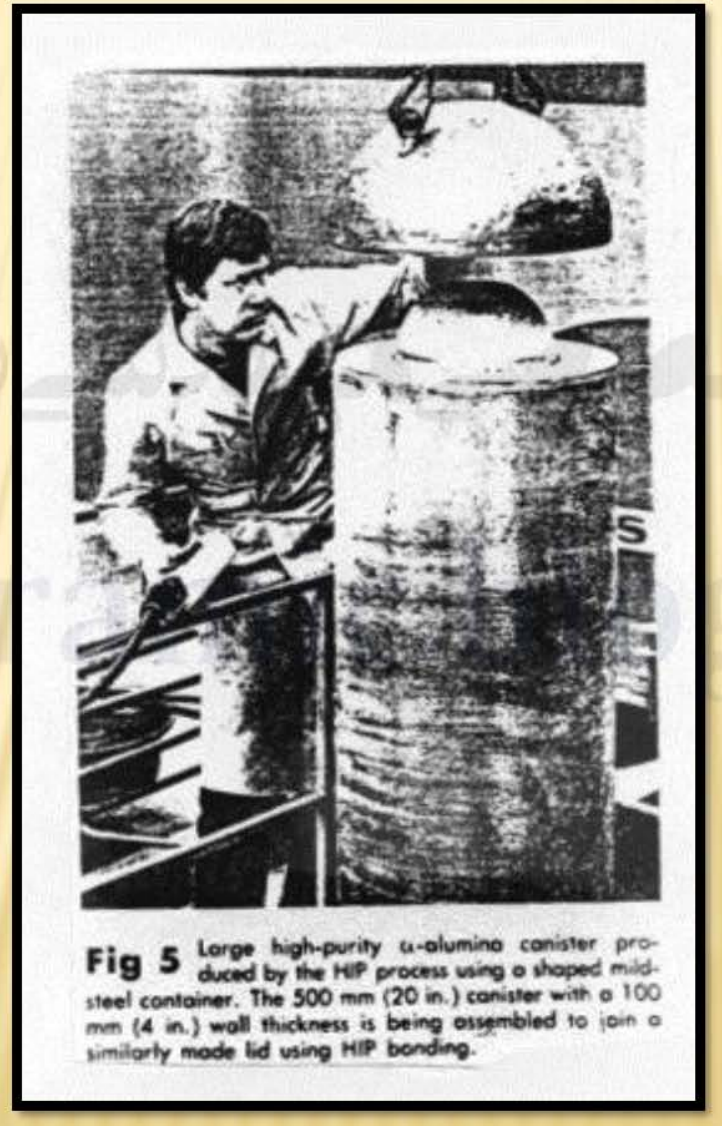


Fig 5 Large high-purity α-alumina canister produced by the HIP process using a shaped mild-steel container. The 500 mm (20 in.) canister with a 100 mm (4 in.) wall thickness is being assembled to join a similarly made lid using HIP bonding.

وبلاگ تخصصی سرامیک
ceramic-blog.ir

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

کپسولهای تانتالم برای ساخت نمونه های Si_3N_4 نتایج خوبی ارائه نموده است.

HIP بدون غلاف و کپسول

فرآیند سمت راست شکل۴، HIP بدون کپسول (HIP زیتری یا زیتر+HIP) از ۱۹۳۸ توسط Johan Romp پیشنهاد شد.

اولین بار در حدود ۳۷ سال پیش برای محصولات تجاری استفاده شده است.

محصولات کاربیدی سیمانه شده بزرگ شبیه استوانه های توپر برای آسیاب میله ای

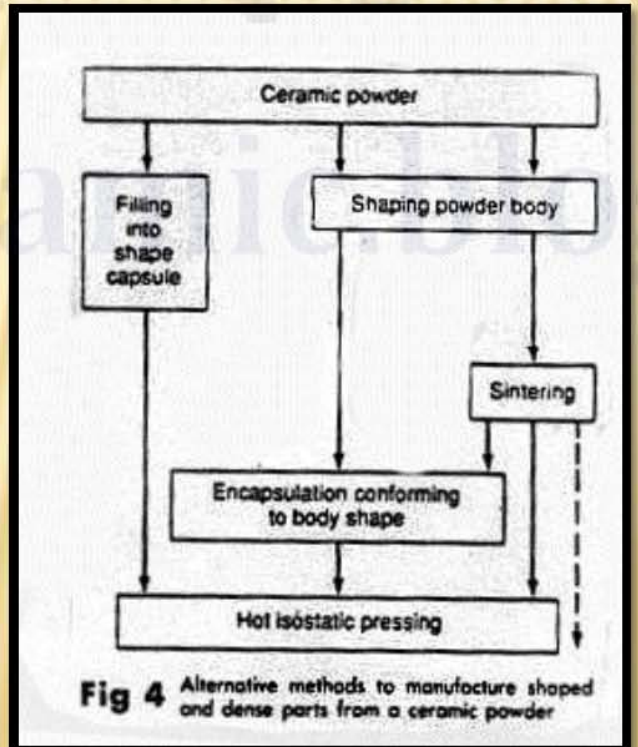


Fig 4 Alternative methods to manufacture shaped and dense parts from a ceramic powder

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

زمانی که اجزای مختلف پس از سینتر فاز مایع به ۹۹% دانسیته تئوری رسید، تخلخل باقیمانده براحتی از سطح جدا می شوند.

گاز با فشار بالا (آرگون) می تواند مستقیماً بر سطح قطعه عمل نماید و منجر به بستن تخلخلهای داخلی شود

فرآیند HIP باعث می شود که دو برابر کاهش در اندازه تخلخلها در مقایسه با اندازه اولیه تخلخل ایجاد کند

ceramic.blogfa

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

این تکنیک بدون غلاف و کپسول وسیعاً در ساخت سرامیکها استفاده می شود.

سرامیکهای اکسیدی و ابزار آلات برش بر پایه آلومینا یک مثال از کاربردهای تجاری است.

قبل از انجام HIP لازم است که پودر سرامیکی سیتتر شده تا به ۹۲ تا ۹۶% دانسیته برسند.سپس HIP با فشار گاز اعمالی مستقیما بر سطح قطعه اعمال می شود.

ceramic.blog.ir

ترکیب گاز برای بسیاری از مواد اهمیت دارد.

زمانی که فرایند در مورد Si3N4 انجام می شود معمولا گاز N2 برای کاهش تجزیه ماده استفاده می شود.

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

بسیاری از محققین مانند Ziegler و Woetting (۱۹۸۵)، Kim و Baik (۱۹۹۰) نشان دادند که افزایش کمی در دانسیته بدنه HIP شده در مقایسه با دانسیته اولیه بدنه سرامیکی حاصل می شود (شکل۶).

استحکام بالا و سرعت خزش پایین دانه های β-Si_3N_4 خالص **در این روش جای تعجب نیست**

برای Si_3N_4 که **مگنزیا** به آن دوپد شده ، متراکم شدن حاصل شده موثر تر و نزدیک به دانسیته کامل است.

اگر حجم قابل توجهی از فاز شیشه ای موجود باشد، متراکم شده اغلب در هر دو سیستم بهتر انجام می شود.

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

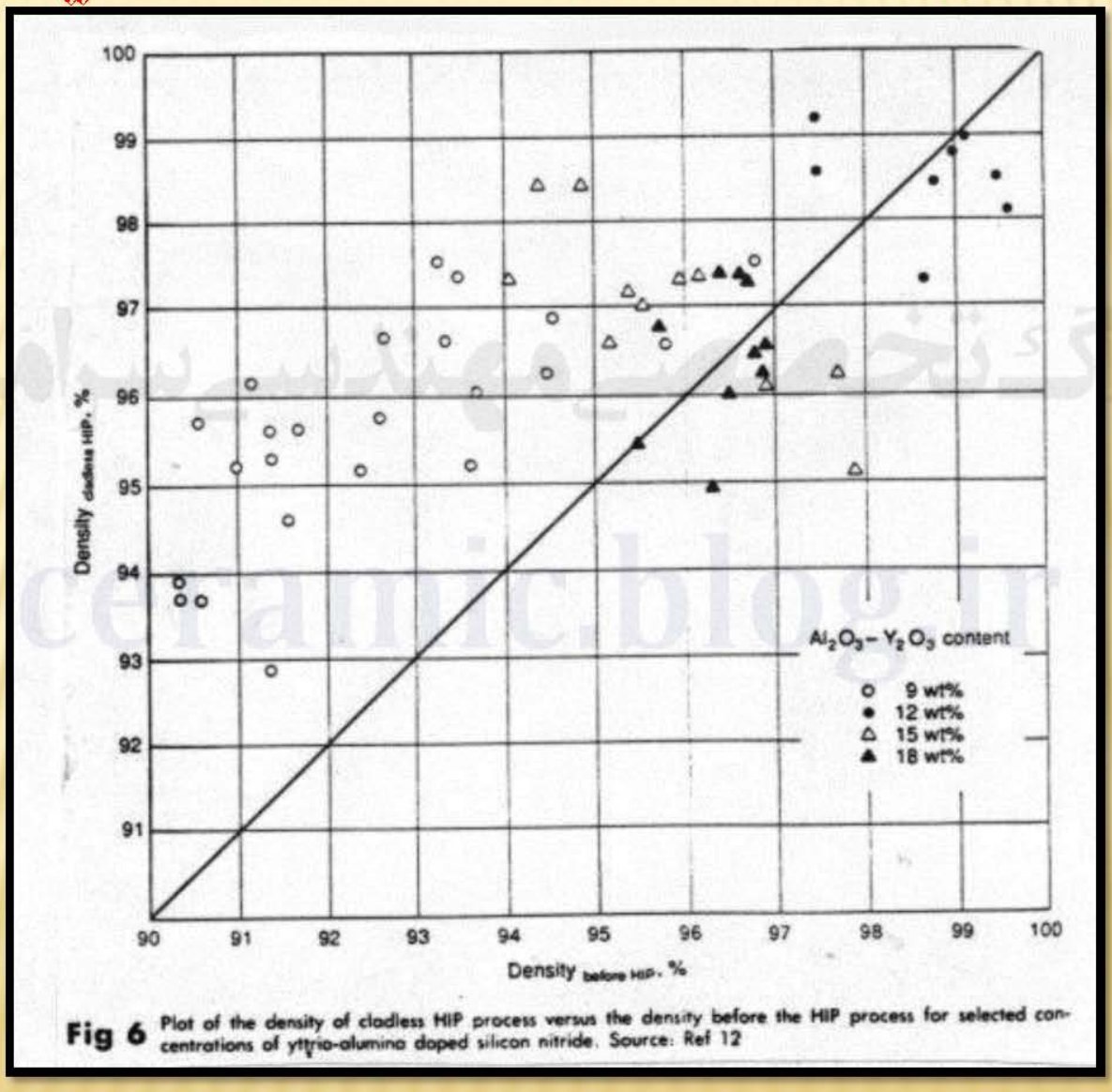


Fig 6 Plot of the density of cladless HIP process versus the density before the HIP process for selected concentrations of yttria-alumina doped silicon nitride. Source: Ref 12

وبلاگ تخصصی مهندسی سرامیک
ceramic.blog.ir

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

Kimو Baik گزارش کردند که در اثر نفوذ گاز به فاز شیشه ای ،افزایش حجم منجر به کاهش دانسیته بر اثر فرایند HIP شده است.

زمان های طولانی فرایند (۶ ساعت یا بیشتر) عموما متراکم شدن به صورت مثبت تحت تاثیر قرار گرفته است.

در موادی مانند SiC دانه های تشکیل شده در مرحله پیش زیتتر اغلب در برابر متراکم شدن مقاومت بیشتری می کنند.

اگر **رشد دانه** را در مرحله سیتتر اولیه بتوان محدود نماییم و یک ماده ریز دانه بکار ببریم، در حین فرایند HIP متراکم شدن مناسبی حاصل می شود.

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

گاز خنثی (معمولا آرگون) برای روش HIP بدون کپسول استفاده می شود.

استفاده از فشار گاز فعال شیمیایی در برخی موارد ترجیح داده می شود.

برخی از مواد اکسیدی که در اتمسفر خنثی تمایل به احیا شدن جزئی دارند منجر به بدتر شدن خواص (مکانیکی ،حرارتی و ...) و بی رنگ شدن می شوند.

یک فشار جزئی اکسیژن برای HIP اکسیدی هایی مانند زیرکونیا می تواند استفاده شود.

علاوه بر این ابر رسانا های اکسیدی تحت شرایط مشابه HIP می شوند

برای موادی که تمایل به تجزیه در دمای سینتر دارند یک فشار جزئی از گاز حاصل از محصول تجزیه، سرعت تجزیه را کاهش داده یا حذف می کند.

ceramic.blog.ir

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

بنابراین گاز نیتروژن خالص برای HIP سرامیکهای نیتریدی استفاده می شود

در HIP بدون کپسول با هرنوع گاز، خیلی مهم است که توجه داشته باشیم مقادیر جزئی نا خالصی در گاز می تواند از لحاظ شیمیایی فعالتر عمل کند و ممکن است با اجزای کوره یا ماده تحت فرآیند واکنش انجام دهد.

ceramic.blog.ir

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

استفاده از کپسول متناسب با شکل ظاهری بدنه

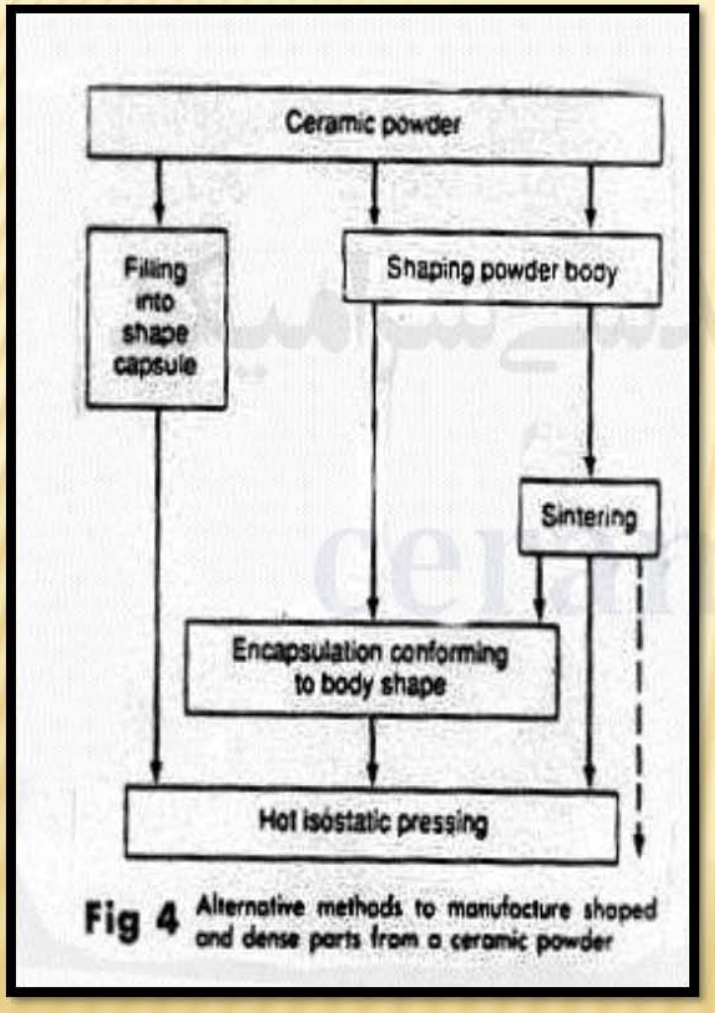


Fig 4 Alternative methods to manufacture shaped and dense parts from a ceramic powder

در روش HIP در بخش مرکزی شکل۴ پودر، قبل از اینکه انقباض قابل توجهی داشته باشد کپسوله می شود.

این روش در برخی مواقع تحت عنوان HIP مستقیم طراحی شده است به این دلیل که از HIP سیتتر جدا شود.

یکی از اثرات مثبت این روش رسیدن به دانسیته کامل از طریق انقباض و سیتترینگ در تمامی اجزای بدنه است.

در اولین گزارشهای علمی (1977,1974) برای Si_3N_4 که ادرصد ایتریم به آن دوپد شده است از محفظه شیشه ای وایکوراستفاده شد (شکل ۷).

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

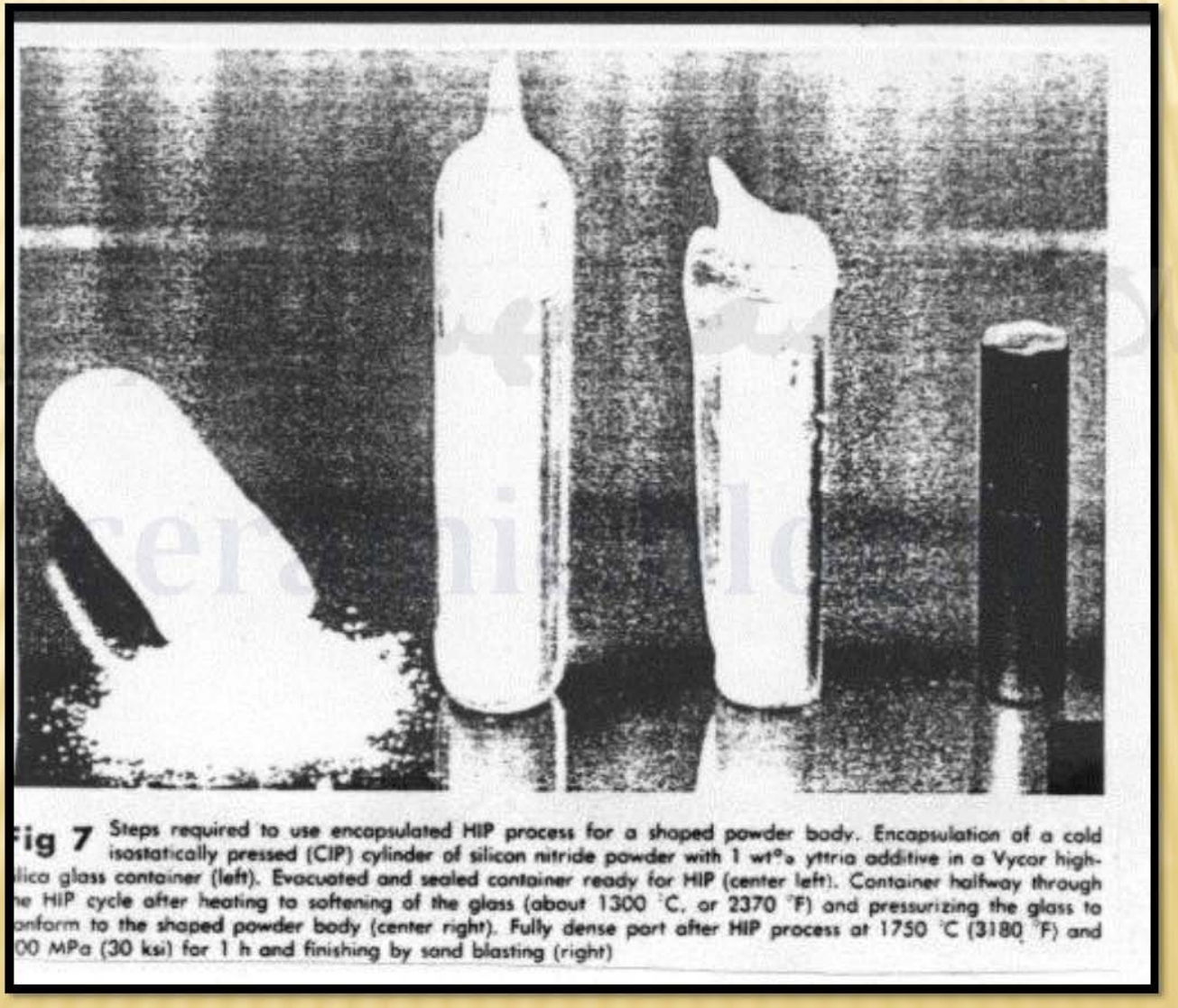


Fig 7 Steps required to use encapsulated HIP process for a shaped powder body. Encapsulation of a cold isostatically pressed (CIP) cylinder of silicon nitride powder with 1 wt% yttria additive in a Vycor high-silica glass container (left). Evacuated and sealed container ready for HIP (center left). Container halfway through the HIP cycle after heating to softening of the glass (about 1300 °C, or 2370 °F) and pressurizing the glass to conform to the shaped powder body (center right). Fully dense part after HIP process at 1750 °C (3180 °F) and 200 MPa (30 ksi) for 1 h and finishing by sand blasting (right)

تکنولوژی HIP مورد استفاده در سرامیکها

روش مذکور هنوز هم بذای نمونه های مختلف بخوبی جواب می دهد.

شیشه وای کور نسبت به شیشه کوارتز نتایج بهتری می دهد.

خلإ گرم در دماهای بالا ($1000\,^{\circ}C$) قابل اجراست.

برای شکلهای مشابه تیغچه های توربین که فرآیند HIP در مورد آنها انجام می شود با استفاده از پودر BN به عنوان بستری برای پر کردن بین پودر خام بدنه و محفظه کپسول شیشه ای استفاده می شود.

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

پودر مورد استفاده بعنوان بستر بایستی همان دانسیته نسبی بدنه پودری خام را داشته باشد تا اعوجاج شکل کاهش یابد.

BN یک حالت جدایش شیمیایی بدنه با شیشه را مهیا می سازد.

کپسولهای شیشه ای با نقطه نرم شوندگی پایین مشابه پیرکس اطراف نمونه فشرده شده در بستر BN که با فویل مولیبدنیوم پیچیده شده استفاده می شود (بعنوان مثال در آزمایشات اتصال Si3N4/ Si3N4).

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

تکنیک کپسول کردن با استفاده از ذرات شیشه ب (شکل ۸) یکی از مرسوم ترین روشهای صنعتی است.

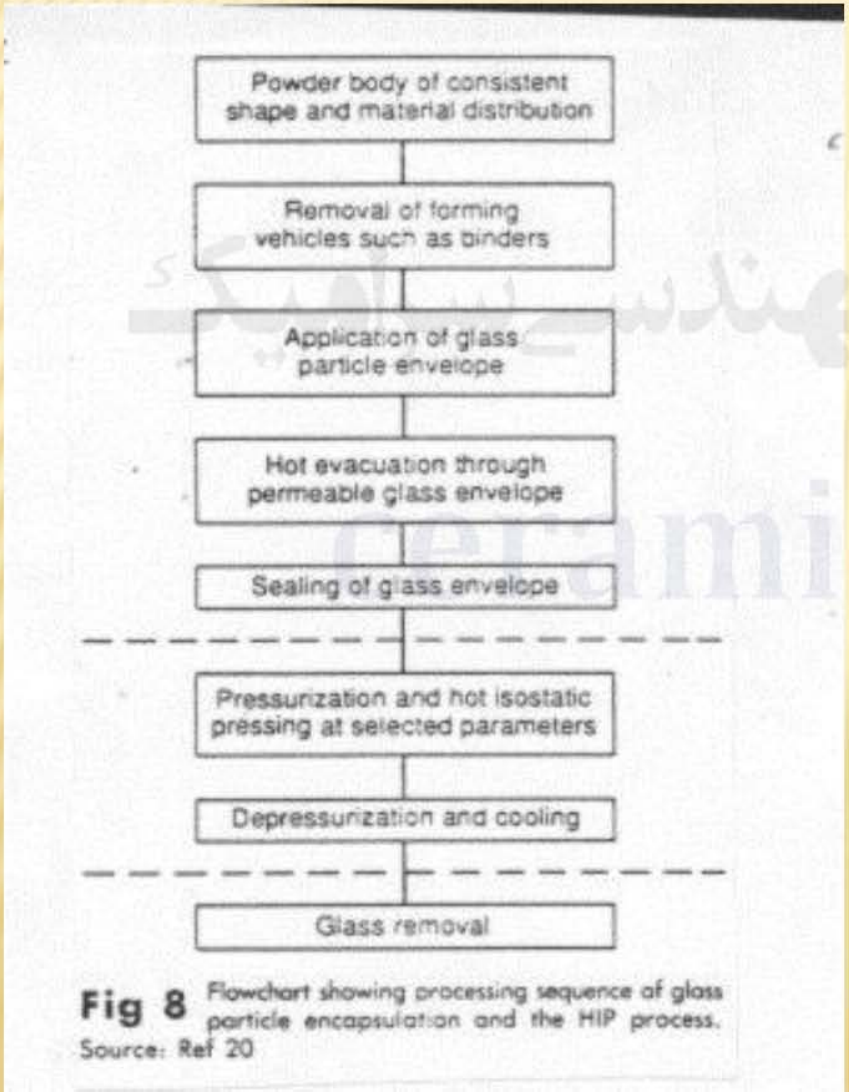


Fig 8 Flowchart showing processing sequence of glass particle encapsulation and the HIP process. Source: Ref 20

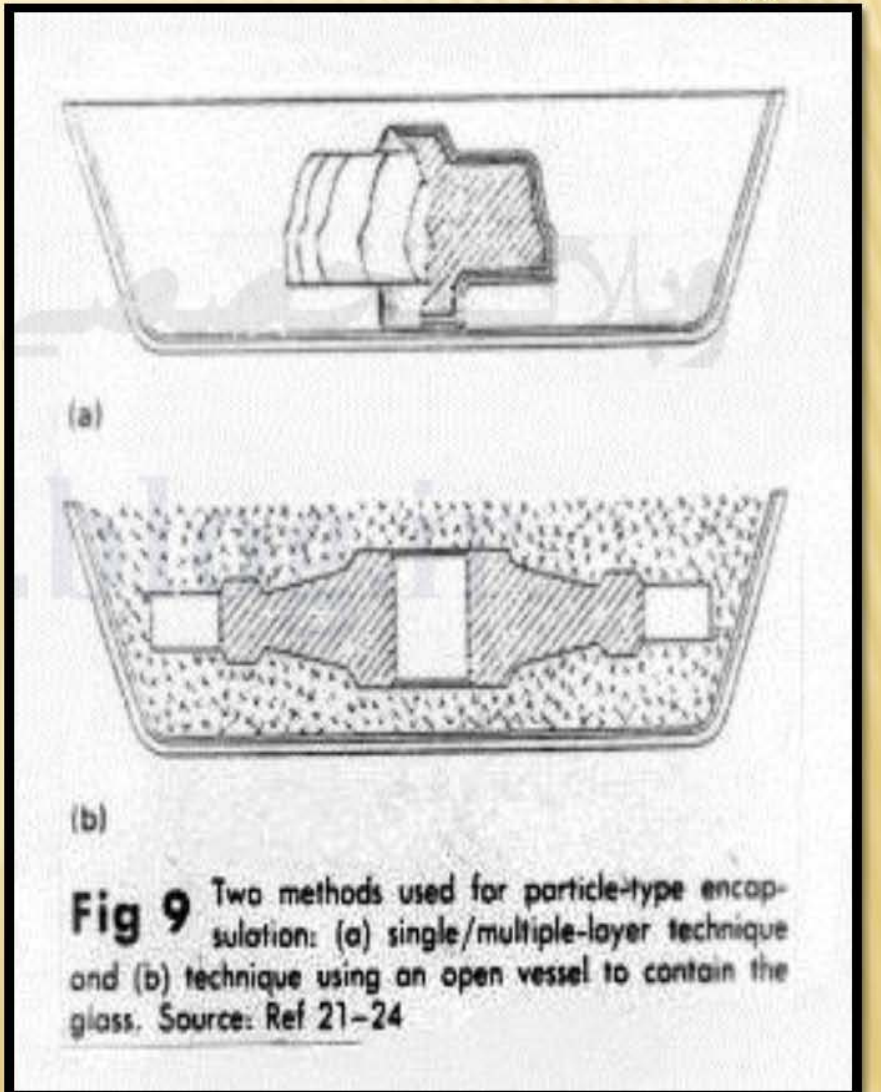


Fig 9 Two methods used for particle-type encapsulation: (a) single/multiple-layer technique and (b) technique using an open vessel to contain the glass. Source: Ref 21–24

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

در روش روباز از شیشه با ویسکوزیته پایین استفاده می شود.پس از HIP بصورت مکانیکی کپسول از بدنه جدا میشود(Sand blasting)

اگر در فرآیند HIPسینتر واکنشی رخ دهد(مانن نیترید سیلیسیوم)میزان انقباض کمتر است(6تا9 در مقایسه با 14تا 18 درص انقباض)

انتخاب دما

در دمای نزدیک ذوب انجام میشود البته اگر در این حالت فاز مذاب زیاد باشد محدودیت ایجاد میکند.یا زمانی که ویسکوزیته پایین باشد فاز مایع به تخلخلهای باقیمانده نفوذ پیدا کرده و متراکم شدن ایده ال نمی شود.

معمولا 300 تا 400 درجه سانتیگراد نسبت به سینتر معمولی دما پایینتر است(آلومینا در 1200درجه سانتیگراد برای 1 ساعت در 200مگاپاسکال به 99.9%دانسیته میرسد)

در مقایسه با روشHPبیشتر از 100 درجه سانتی گراد پایین تر است.

برای TiB_2در 1600 درجه سانتیگراد و فشار 200مگاپاسکال در 1 ساعت .

تکنولوژی HIPمورد استفاده در سرامیکها

برای کپسولهای فلزی تا 1000درجه و برای شیشه تا1300درجه سانتیگراد در فرآیندHIPاستفاده میشود

فلور ناشی از اسید فلوریدریک (برای برداشتن کپسولهای فلزی و شیشه ای استفاده میشود) ممکن است به سطح بدنه بچسبد (در دمایی که برای بسته شدن کپسول استفاده میشود).

رطوبت حتما باید قبل از کپسول کردن از سطح بدنه خارج شود.زیرا خواص دما بالا را میکاهد.

ceramic.blog.ir

فرآيند HIPبا دقت بالا (High Precision Processing)

براي قطعات با شكلهاي بسيلر دقيق استفاده مي شود كه در اين حالت صلبيت زياد كپسول منجر به بروز مشكلاتي مي شود.فلزيهاي مورد استفاده در روشHIPصلبتر اند .متراكم شدن نواحي اوليه يا جلويي بدنه در اثر حرارت دهي سريع منجر به ايجاد تغييرات شديد و ناگهاني در شكل مي شود و تغييرات ويژه در دانسيته منجر به ايجاد تنشهاي پسماند مي شود.البته با آنيل شايد بتوان مشكل ايجاد شده را حل كرد.
درصورتي كه بخش نامتراكم شده در مراحل بعدي متراكم شوند اين منجر به تغيير شكل مي شود.
شكل دهي اوليه پودر با روش تزريق منجر به يكنواختي بدنه با استفاده از كپسول شيشه در HIP ميشود
تغييرات ابعاد بدنه از حالت خام تا متراكم شدن نهايي از رابطه زير حاصل مي شود

D_0 دانسيته خام

D_f دانسيته نهايي

$$F = \left(\frac{D_0}{D_f} \right)^{1.3}$$

ميزان انحراف استاندارد براي 768قطعه نيتريد سيليسيوم
با طول59.7 ميليمتر ،0.042 ميليمتر يا 0.07%انحراف گزارش شده است(شكل10).

فرآیند HIPبا دقت بالا

فشار گاز از طریق کپسول بر ذرات پودر اعمال میشود اما میزان منتقل شده به پودر شاید هزار برابر کمتر از فشار گاز باشد(شکل 11) بنابراین در روش کپسول نسبت به HIPسینتر مستقیم این مزیت نیست اما این فاکتور در بدنه اي كه نهيتا در انتهاي فرآيند متراكم مي شود خيلي اهميتي ندارد چون ميزان فشار منتقل شده يكنواخت است.

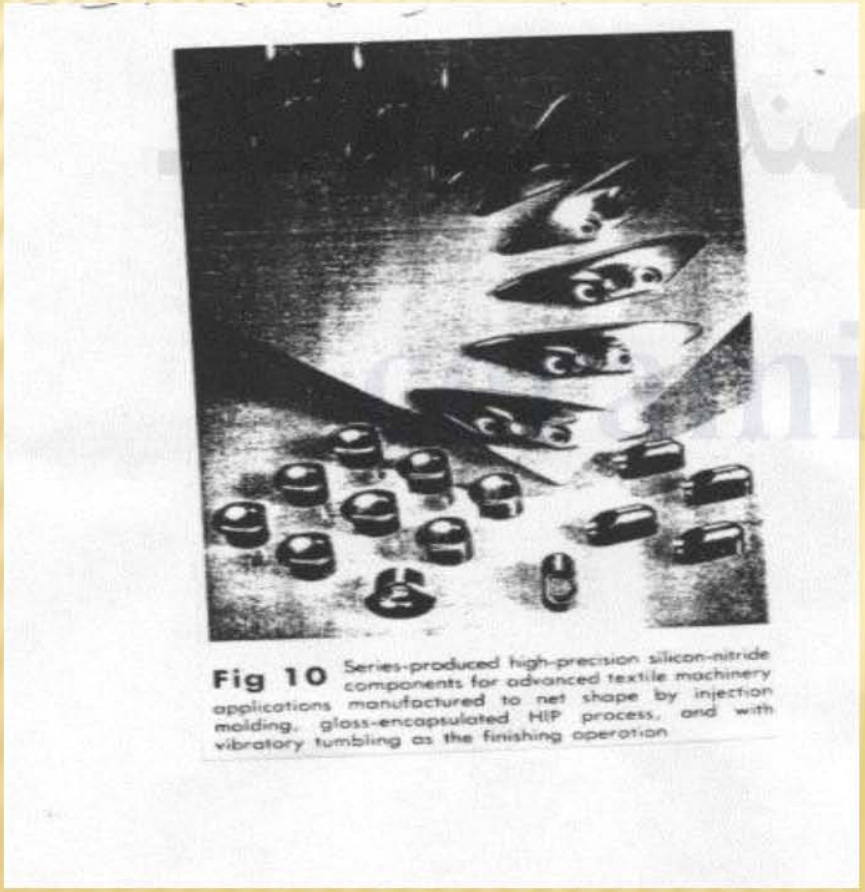


Fig 10 Series-produced high-precision silicon-nitride components for advanced textile machinery applications manufactured to net shape by injection molding, glass-encapsulated HIP process, and with vibratory tumbling as the finishing operation

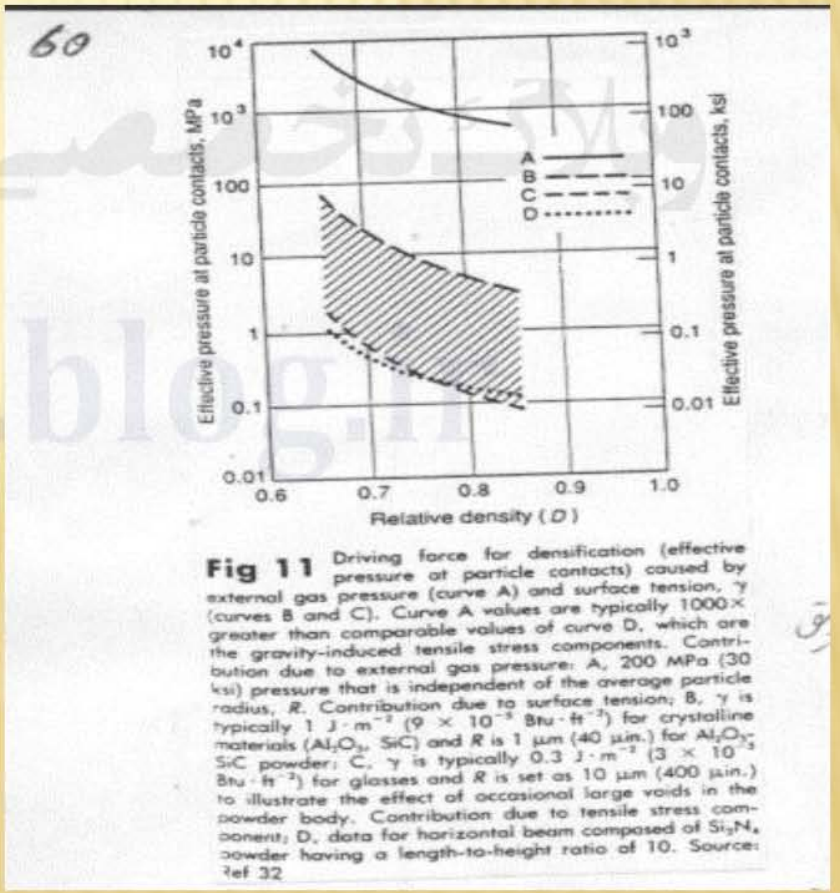


Fig 11 Driving force for densification (effective pressure at particle contacts) caused by external gas pressure (curve A) and surface tension, γ (curves B and C). Curve A values are typically 1000× greater than comparable values of curve D, which are the gravity-induced tensile stress components. Contribution due to external gas pressure: A, 200 MPa (30 ksi) pressure that is independent of the average particle radius, R. Contribution due to surface tension: B, γ is typically 1 $J \cdot m^{-2}$ (9×10^{-5} Btu · ft^{-2}) for crystalline materials (Al_2O_3, SiC) and R is 1 μm (40 μin.) for Al_2O_3; SiC powder; C, γ is typically 0.3 $J \cdot m^{-2}$ (3×10^{-5} Btu · ft^{-2}) for glasses and R is set as 10 μm (400 μin.) to illustrate the effect of occasional large voids in the powder body. Contribution due to tensile stress component; D, data for horizontal beam composed of Si_3N_4 powder having a length-to-height ratio of 10. Source: Ref 32

برخي از حالات ويژه در HIP

براي تهيه TiB_2 محققي به نام M.Koizumi از روشHigh Presser Self Combustion Sintering استفاده كرد.مخلوط پودر تيتانيوم+پودر بور آمورف با استفاده از CIPبه شكل ميله در آمده و تحت خلا كپسول(شيشه)مي شود.با المنت تنگستن حرارت داده شده و فشار 100 مگا پاسكال اعمال ميشود(گاز آرگون)و در اينحالت اشتعال ايجاد و براي متراكم شدن بهتر از فلز تيتانيم بصورت مازاد استفاده مي شود.با 50%حجمي مذاب ايجاد شدهدر 1900تا 1950درجه سانتي گراد متراكم شدن كامل شد

مخلوطSi_3N_4 همراه با SiO_2 در 1950درجه سانتيگراد در فشار 200 MPaبراي 2 ساعت HIP شد.90%تركيب به اكسي نيترد تبديل شد(ماده اي كه در 1700درجه سانتي گراد تجزيه ميشود)

کاربردها ي HIP

بدون کپسول شيشه اي

ابزار آلات اکسيدي (آلومينايي)،فريتهاي منگنز-روي،نيکل -روي، که منجر به نفوذ پذيري بالاي مغناطيسي،القاي اشباع بالاو ويکي هاي مقاومت در برابر فرسايش ميشود.
سراميکهاي پيزو الکتريکي مصرفي در اسيلاتورها و فيلترهاي امواج صوتي (براي ديسکهايي با ضخامت 0.05 ميليمتر)

با کپسول شيشه اي

انواع کامپوزيتهاد ، Si_3N_4 با ناخالصي هاي کمتر از 0.01%بدون کمك سينتر در دماي 1950درجه سانتي گراد در فشار 250 MPaبراي 2 ساعت،استحکام چهار نقطه اي در 1350درجه سانتي گراد بالاتر از دماي اتاق (بدليل دانه هاي Eqiaxed)
Tanak و همکارانش همين ماده را با اکسيد ايتريوم (3.5%)با کپسول شيشه تهيه نمودند اما استحکام شکست در 1400حدود 630 MPaو در دماي اتاق680MPa و مقاومت اکسيداسيون در 1400 درجه سانتي گراد براي 100 ساعت بسيار بالا بود.
کامپوزيتهاي بر پايه Si_3N_4 در صنايع نساجي کاربرد دارند
نازلهاي B4Cيا Si_3N_4 انواع غلطك و بلبرينگها و... همگي با کپسول شيشه تهيه ميشوند
15 %ويسکرهاي SiCدر Si_3N_4 با مدول وايبول بالاي 30و استحکام MPa1000 (با 2.5%اکسيد ايتريوم).البته ميزان ويسکرهاي مصرفي تا 35%متغير است.