



## پرس داغ اصلاح شده برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی

حبیب اله اکبری<sup>۱\*</sup>، رضا پرتوی همراه<sup>۲</sup>

۱- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

۲- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

\*Akbari12@iust.ac.ir، ۱۳۱۱۴-۱۶۸۴۶، صندوق پستی تهران

## اطلاعات مقاله

دریافت: ۹۴/۱۱/۳۰

پذیرش: ۹۵/۱/۱

## کلیدواژگان:

کامپوزیت زمینه سرامیکی

پرس داغ

پرس داغ انبساطی

متالورژی پودر

## چکیده

در این مقاله، روشی جدید برای پرس داغ صفحات نازک معرفی می‌شود. روش قدیمی پرس داغ با وجود دستیابی به چگالی نزدیک به چگالی نظری، قیمت بسیار بالایی دارد. دستگاه معرفی شده در این مقاله، با حفظ مزیت دستیابی به چگالی نظری، قیمت ساخت و کارکرد پایینی دارد و برای انجام پرس تنها به یک کوره الکتریکی معمولی نیاز دارد. با وجود تمام این مزایا، محدودیت این دستگاه آن است که تنها قابل استفاده برای ساخت صفحات نازک سرامیکی است. در این مقاله در ابتدا توضیح خلاصه‌ای در مورد کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی داده می‌شود و تأثیر ترکیبات و روش ساخت بر خواص آن به بحث گذاشته می‌شود. سپس روش‌های شکل‌دهی پودر معرفی شده و مزایا و معایب هرکدام به بررسی می‌شود. در ادامه پرس داغ انبساطی معرفی شده و مراحل ساخت و روش کار آن توضیح داده می‌شود. در پایان یک کامپوزیت زمینه سرامیکی استفاده شده و نتایج آن بررسی می‌شود.

## Modified hot pressing method for fabrication of ceramic matrix composites

Habibollah Akbari\*, Reza Partovy Hamrah

Department of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

\*P.O.B. 13114-16846, Tehran, Iran, Akbari12@iust.ac.ir

## Keywords

Ceramic matrix composite  
Hot press  
Expansion hot press  
Powder metallurgy

## Abstract

This paper presents a Novel method for fabricating of thin ceramic plates. Although achieving nearly full density, the commercial hot pressing machine have extremely high price and upkeep cost. The device presented in this paper have lower cost and for hot pressing, needs just an ordinary electrical furnace. Despite all this benefits, it can just form thin ceramic plates. In this paper, initially a brief description about ceramic matrix composites (CMCs) is presented and the effect of formed components and forming methods on its properties is discussed. Then the powder forming methods with advantages and disadvantages is presented. In the next step the device (expansional hot pressing device) and its working method is introduced. And finally this device is used for forming of a special ceramic matrix composite and the mechanical and microscopic properties of the formed part is examined and the method proves to be useful for forming CMCs.

## ۱- مقدمه

برابر خوردگی در عین چگالی پایین اشاره کرد. البته در مقابل مزیت‌های ذکر شده، استفاده از سرامیک‌ها به دلیل ضعف در برابر ضربه، بارهای کششی، شوک حرارتی و بارگذاری خستگی، محدود می‌شود.

برخلاف کامپوزیت‌های زمینه فلزی و زمینه پلیمری معمولاً هدف از ساخت کامپوزیت، تقویت آن نیست. نسبت مدول الاستیسیته تقویت‌کننده به زمینه در کامپوزیت‌های زمینه پلیمری و زمینه فلزی معمولاً عدد بالایی بیش از ۱۰ برابر است اما در کامپوزیت‌های سرامیکی به‌ندرت به ۲ می‌رسد [۴].

روش اصلی ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی مانند سرامیک‌های معمولی، روش‌های متالورژی پودر است که از جمله آن‌ها می‌توان به پرس داغ، پرس ایزو استاتیک و زینترینگ بعد از پرس سرد اشاره کرد.

با وجود احتمال شکست ترد، با توجه به دمای کارکرد بالا و ضریب انبساط حرارتی پایین، استفاده از سرامیک‌ها در صنعت همچنان از جایگاه خاصی برخوردار است. در کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی (CMC) رشد ترک‌های به وجود آمده، تاحدودی توسط ذرات، رشته‌ها و یا ویسکرها محدود می‌شود [۱،۲].

در مقایسه با فلزات و پلیمرها می‌توان گفت که به طور کلی، سرامیک‌ها سختی، استحکام، مدول الاستیک بالاتر و چگالی، ضریب انبساط حرارتی و هدایت الکتریکی و حرارتی پایین‌تری دارند [۳]. از جمله مزیت سرامیک‌های جدید، می‌توان به سختی، استحکام بالا، دمای کارکرد بالا، مقاومت بالاتر در

## Please cite this article using:

Akbari, H. and Partovy Hamrah, R., "Modified hot pressing method for fabrication of ceramic matrix composites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 139-146, 2016.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

هم‌زمان نتایج امیدوارکننده‌ای برای استفاده CMC های زمینه اکسید و الیاف اکسید در لوله احتراق توربین‌های گازی گزارش شد که ادامه تحقیقات را تشویق می‌کرد [۲۱]. یک راه برای افزایش سختی در سرامیک‌های تک جزئی مرسوم مانند سیلیکون کاربید، اضافه کردن دانه‌های یک فاز جدید مانند سیلیکون نیتريد است. این کار افزایش چشمگیری در سختی و استحکام سرامیک به وجود می‌آورد. تحقیقات اخیر بر روی سیلیکون نیتريد فاز بتا نشان می‌دهد که با اضافه کردن مناسب و یکدست پودر سیلیکون نیتريد فاز آلفا به دانه‌های میله‌ای شکل سیلیکون نیتريد بتا و آلومینا و ایتريا به عنوان کمک‌های زینترنگ، می‌تواند منجر به تولید ماده‌ای با استحکام ۱ GPa و سختی  $10 \text{ MPam}^{1/2}$  شود [۲۲، ۲۳]. این مواد که استحکام و سختی بالایی دارند، دانه‌هایی با پخش یکدست و دوگانه<sup>۲</sup> دارند. به این معنی که دانه‌های بزرگ به صورت یکدست در زمینه‌ای با دانه‌هایی در سطح چند میکرون پخش شده‌اند. به این ترتیب بهبود استحکام مکانیکی را در مقایسه با سیلیکون نیتريد تجاری را می‌توان به کاهش اندازه عیوب ساختاری و افزایش سختی شکست را می‌توان به مکانیزم های انحراف ترک و بیرون کشیدگی دانه‌ها نسبت داد. انفصال دانه‌ها را می‌توان وابسته به ساختار شیمیایی فاز شیشه بین دانه‌ها دانست که خود وابسته به مواد کمک‌زینتر است [۲۳]. یک راه حل دیگر برای ساخت کامپوزیت‌های سرامیکی تقویت‌شده با دانه‌ها، می‌تواند ساخت نانوکامپوزیت‌های سرامیکی باشد که در آن هر دو جزء زمینه و تقویت‌کننده در ابعاد نانو هستند [۲۴]. به این ترتیب که به طور مثال با اضافه کردن پودر نانوی سیلیکون کاربید آلفا یا بتا در دانه‌های آلومینای فاز آلفا، می‌توان با درصد کمی از پودر تقویت‌کننده، خواص مکانیکی را به صورت چشمگیری افزایش داد [۲۴، ۱۸، ۱۴]. تحقیقات بعدی نشان داد که فاکتور اصلی بهبود خواص کامپوزیت، کاهش اندازه نقایص ساختاری است.

در ادامه، مدارکی دال بر افزایش چشمگیر سختی در نانوکامپوزیت‌های سرامیکی به دست آمد [۲۵] که در مقاله‌ای دیگر رد شد [۲۶]. دلیل این امر، این بود که طبق آزمایش‌های انجام‌شده بر روی سرامیک‌هایی که عموماً مورد آزمایش قرار می‌گیرند، اجماع بر این است که اندازه دانه‌ها به تنهایی تأثیر اشاره‌شده در منبع [۲۵] را ندارد [۲۷، ۲۴، ۱۸، ۱۴]. علاوه بر این، مکانیزم شکست آلومینای تک جزئی با کامپوزیت آلومینای تقویت‌شده با سیلیکون کاربید نانو، تفاوت دارد. به این معنی که فصل مشترک سیلیکون کاربید و آلومینا در مقایسه با دانه‌های آلومینا انرژی شکست بالاتری دارد و به این ترتیب می‌توان گفت دانه‌های نانوی سیلیکون کاربید مرزانه‌های آلومینا را تقویت می‌کند.

برای دستیابی به چگالی بالاتر در سرامیک‌های مهندسی تقویت‌شده با دانه‌ها، معمولاً به مقدار کمی کمک زینتر به ترکیب اضافه می‌شود. این مواد اضافه‌شده در دمای بالا ذوب می‌شوند و با کمک آن‌ها قطعاتی با چگالی نزدیک به چگالی نظری ساخته می‌شوند. البته این اتفاق، مایعی پُر سیلیس بر جا می‌گذارد که هنگام خنک شدن یک فاز بی‌شکل در مناطق سه فازی و لایه‌های بین‌دانه‌ای بر جا می‌گذارد. چنین فازی حتی اگر به صورت جزئی متبلور شود، با حرکت ویسکوز خود در دماهای بالا، استحکام را به شدت پایین می‌آورد. به طور مثال در مقالات [۲۸-۳۰] نبود لایه شیشه‌ای بین دانه‌های سیلیکون کاربید و آلومینا گزارش شده است که می‌تواند نشان از استحکام این لایه‌ها باشد. در شکل ۱ ساختار ساختار کریستالی در مرز دو دانه نشان داده شده است.

در بین این روش‌ها، پرس داغ و پرس ایزواستاتیک با توجه به خواص مکانیکی عالی و دستیابی به چگالی نزدیک به چگالی نظری، نتیجه بهتری ارائه می‌کنند اما با توجه به قیمت بالای این روش‌ها، استفاده آن‌ها به شدت محدود می‌شود.

با استفاده از دستگاه معرفی‌شده در این مقاله، روش پرس داغ به شکلی بسیار ارزان‌تر و ساده‌تر انجام‌شده و قطعه ساخته‌شده از نظر خواص مکانیکی، حرارتی و ظاهری مورد بررسی قرار می‌گیرد.

## ۲- کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی<sup>۱</sup>

استفاده از کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی از نظر زمانی محدود به ۳۰ سال اخیر است. در این مدت پیشرفت‌های خوبی انجام شده است اما به کار بردن CMC ها در عمل بسیار محدود بوده است [۵]. یکی از اهداف اصلی تحقیقات در حوزه سرامیک‌های سازه‌ای، ساخت سرامیک‌هایی با دمای کارکرد بالا و استحکام ضربه‌ای مناسب است [۷، ۶]. برای دسترسی به این هدف دولت‌های ایالات متحده و ژاپن به صورت جداگانه سرمایه‌گذاری‌هایی در حوزه تحقیقات مربوط به سرامیک‌های تقویت‌شده با الیاف، با هدف دستیابی به دانش فنی لازم برای ساخت تجاری این مواد انجام داده‌اند [۸]. در نتیجه این تحقیقات، موادی ساخته شدند که قابل‌استفاده در اجزای توربین‌های گازی مانند لوله احتراق<sup>۲</sup> را دارا بودند. البته این تحقیقات در حوزه اقتصادی به موضوع نپرداخته‌اند [۹-۱۳].

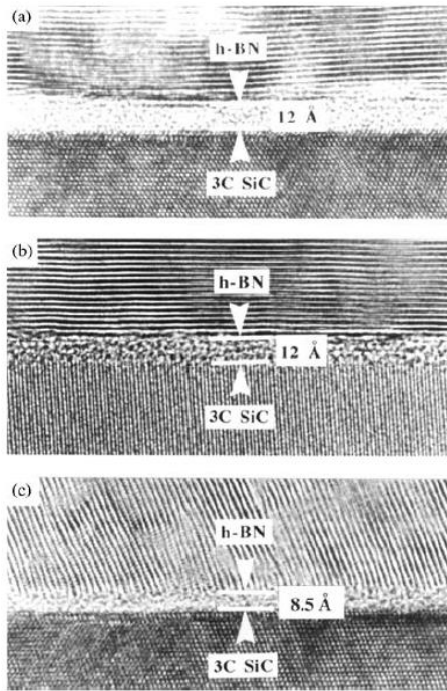
تأکید بر روی نیاز به مواد تقویت‌شده با الیاف مقاوم در برابر ضربه و دمابالا، نباید خواص دیگر مورد نظر برای کارهای خاص را تحت تأثیر قرار دهد. از جمله این خواص می‌توان به خواص اصطکاکی و دی‌الکتریک قطعات اشاره کرد که اولی در ساخت مواد سرامیکی تقویت‌شده با پودر بسیار مورد توجه است [۱۴] و دومی در ساخت هواپیماهای رادار گریز کاربرد دارند که از ثابت دی‌الکتریک پایین سرامیک‌های تقویت‌شده با الیاف کربنی یا الیاف سیلیکون کاربید استفاده می‌کنند [۱۵].

جذابیت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی تقویت‌شده با ذرات یا الیاف، بیشتر مربوط به مکانیزم‌هایی مانند انحراف ترک و بیرون کشیدگی الیاف می‌شود [۶] و [۱۶-۱۸] این مکانیزم‌ها در CMC ها بسیار بیشتر از سرامیک‌های خالص از رشد ترک جلوگیری می‌کنند و باعث می‌شوند این مواد "بهتر" از مواد دیگری که دچار شکست ترد می‌شوند، بشکنند.

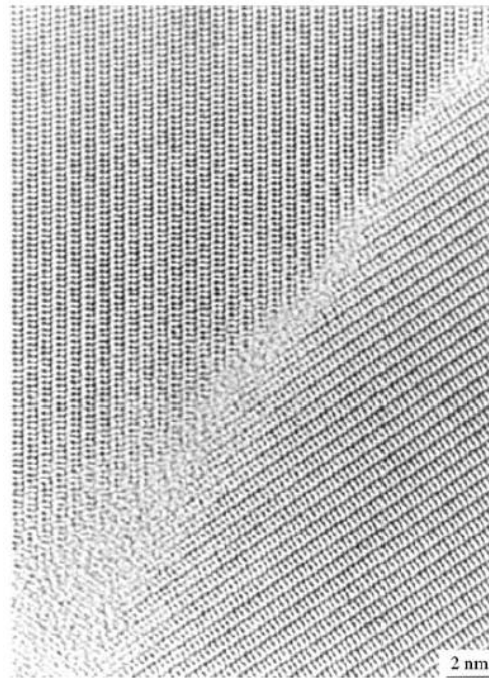
با وجود تحقیقات گسترده در حوزه CMC ها، به استثنای برخی موارد خاص، پیشرفت‌ها نسبتاً کند بوده‌اند. به طور مثال می‌توان به شیشه‌های تقویت‌شده با الیاف کربنی اشاره کرد که در دهه ۱۹۶۰ و اوایل دهه ۱۹۷۰ به عنوان موادی با مقاومت ضربه خوب شناخته شده بودند [۱۹]. این مواد در دمای اتاق، بسیار سخت بودند اما مانند همه مواد کربنی دیگر، با توجه به سوختن الیاف کربنی در دمای بالای ۴۰۰ درجه، قیمت ساخت بالایی داشتند و در نتیجه تنها به صورت موادی جذاب برای تحقیقات باقی ماندند.

امروزه استفاده از سرامیک‌های زمینه الیاف به تدریج جایگاه خود را در صنعت پیدا می‌کند. به‌عنوان مثال، شیشه‌های تقویت‌شده به وسیله الیاف Si-C-O به عنوان ماده‌ای با هزینه تولید قابل‌قبول، به عنوان جایگزینی برای مواد قبلی برای کاربرد در دماهای بالا مورد استفاده قرار می‌گیرد. این کاربردها، نیاز به تحمل شوک حرارتی کوتاه‌مدت ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد وجود دارد. استفاده دیگر این شیشه‌ها، به عنوان روانکار جامد است [۲۰]. تقریباً به صورت

1. Ceramic matrix composites (CMCs)  
2. Combustor liner



شکل ۲ ضخامت لایه بی‌شکل در محل برخورد دو دانه [۲۶]



شکل ۳ ساختار کریستالی در مرز دو دانه [۳۱]

در ادامه روش‌های مرسوم برای شکل‌دهی سرامیک و نقاط ضعف و قوت هر کدام به صورت خلاصه توضیح داده می‌شود.

### ۳-۱- ریخته‌گری دوغابی<sup>۳</sup>

ریخته‌گری دوغابی به عنوان یک روش شکل‌دهی بدون نیاز به فشار خارجی، روشی ارزان‌قیمت و در دسترس است. در این روش یک دوغاب ریخته‌گری در یک قالب متخلخل (معمولاً از جنس گچ) ریخته می‌شود و در زمان مناسب خشک می‌گردد. خشک شدن دوغاب ناشی از مویبندی است و زمان خشک شدن دوغاب به فاکتورهای مختلفی بستگی دارد که مهم‌ترین آن‌ها اندازه ذرات دوغاب است. پس از خشک شدن دوغاب، قطعه به کوره انتقال یافته و در دمای مناسب زینتر می‌شود. برای ساخت صفحات نازک، معمولاً روش ریخته‌گری دوغابی را با یک مرحله نازک‌سازی با تیغه پزشکی تکمیل می‌کنند و نام جدیدی (ریخته‌گری نواری) بر آن می‌گذارند.

این روش، از خیلی جهات مشابه ریخته‌گری دوغابی است با این تفاوت که دوغاب به جای این که در یک قالب ریخته شود، روی یک سطح صاف پخش می‌شود. در این روش پودر لیتیم‌آلومینات در حلالی آلی که شامل بایندر برای افزایش استحکام بدنه خام و پلاستیک‌ساز برای نرم کردن بایندر در حالت خشک (به طور مثال از طریق کاهش دمای انتقال به شیشه) و افزایش انعطاف‌پذیری بدنه خام، به صورت سوسپانسیون وارد می‌شود. این مخلوط به حرکت درمی‌آید و به کمک یک تیغ جراحی به ضخامت موردنظر می‌رسد. پس از خشک‌کردن مخلوط، ماده تولیدشده در کوره قرار می‌گیرد و حلال آلی آن به کمک حرارت، بیرون کشیده می‌شود.

در این روش معمولاً از حلال‌هایی مانند الکل و تری کلرو اتیلن (TCE) استفاده می‌شود که دمای جوش پایین‌تر و فشار بخار بالاتری در مقایسه با آب دارند و به اصلاح عامیانه‌تر فرار هستند. استفاده از این حلال‌ها باعث خشک شدن سریع‌تر قطعه می‌شود [۳۹].

حتی اگر در نقاط سه‌فازی، فاز شیشه‌ای باقی مانده باشد، می‌توان فصل مشترک‌های بدون فاز شیشه‌ای یا با مقدار اندکی فاز شیشه‌ای یافت. به طور مثال، مرزخانه‌های سیلیکون نیتريد نشان داده شده در شکل ۱ بدون فاز شیشه است. کریستالوگرافی دقیق این مرزخانه نشان می‌دهد که دو دانه از طریق عملیات دو قلو سازی<sup>۱</sup> قابل انطباق بر یکدیگرند [۳۱]. مقایسه این مرزهای بدون فاز شیشه و مرزهای عمومی‌تر میان فازها یا دانه‌ها، که در آن‌ها وجود لایه‌های بی‌شکل نازک (با عرض حدود ۱nm) که ناشی از انجماد فازهای پر سیلیس به وجود آمده طی فرآیند عملیات حرارتی دمابالا هستند، به صورت عملی در منابع [۳۲،۳۳] بررسی شده است. حضور این لایه‌ها به صورت نظری از طریق رقابت میان نیروهای جاذبه میان دانه‌ها، که لایه‌ها را از مرزها به بیرون می‌راند و نیروهای دافعه ناشی از ساختار اتمی و نیروهای الکتریکی دولایه باعث می‌شود که لایه‌های بی‌شکل در مرزها باقی بمانند [۳۴،۳۵،۳۶]. شکل ۲ تأثیر جهت دانه‌بندی را بر روی ضخامت لایه بی‌شکل نشان می‌دهد.

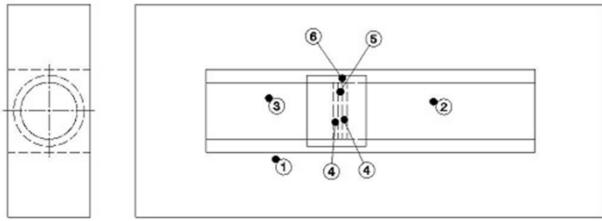
### ۳-۲ روش‌های مرسوم برای ساخت سرامیک

همان‌گونه که اشاره شد، روش‌های ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، همانند روش‌های ساخت سرامیک‌های معمولی است با این تفاوت که در مرحله آماده‌سازی پودر، پودر سرامیک‌های تشکیل‌دهنده با روش‌های مختلفی مانند آسیاب به کمک توپ‌های صلب<sup>۲</sup> مخلوط شده [۳۷] و تحت شکل‌دهی قرار می‌گیرند. استفاده از روش متالورژی پودر، احتمال ایجاد واکنش بین زمینه و ماده افزوده را کاهش می‌دهد [۳۸].

به‌طور کلی روش‌های ساخت سرامیک را می‌توان به دو گروه شکل‌دهی با فشار خارجی و شکل‌دهی بدون فشار خارجی تقسیم کرد. روش‌های شکل‌دهی سرامیک با فشار خارجی را نیز می‌توان به دو گروه کلی گرمایش هم‌زمان با اعمال فشار و اعمال فشار و حرارت به صورت جداگانه تقسیم کرد.

1. twinning operation  
2. ball milling

3. slurry casting



نمای کنار

نمای جلو

شکل ۴ نقشه پرس داغ انبساطی



شکل ۵ پرس داغ انبساطی مورد استفاده در این تحقیق

قطعات شماره چهار دو دایره ناشی از برش فویل گرافیتی هستند. این فویل‌ها وظیفه حائل شدن میان میله‌های ۲ و ۳ و پودر تحت پرس را دارند و از چسبیدن پودر به قالب جلوگیری می‌کنند. با مقایسه این دستگاه و پرس‌های دیگر می‌توان گفت که این دو فویل نقش قالب پرس را ایفا می‌کنند.

قطعه شماره پنج نشان دهنده پودر تحت پرس است.

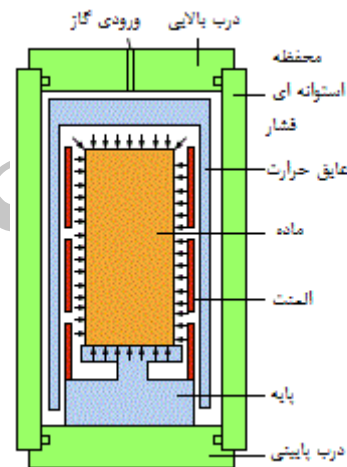
قطعه شماره شش بوشی از جنس آلیاژ ۴۸۴۱ است که نقش دیواره کناری قالب را بازی می‌کند.

ابتدا یکی از دو فویل گرافیتی در داخل بوش فلزی قرار می‌گیرد. برای اطمینان از قرارگیری درست فویل بهتر است بوش و فویل بر روی یکی از دو میله فلزی قرار گیرد. سپس پودر ماده مورد نظر روی فویل ریخته می‌شود و فویل دوم روی آن قرار می‌گیرد. جهت تنظیم ضخامت قطعه نهایی می‌توان میزان پودر را به صورت دقیق و وزن شده بین دو فویل قرار داد. سپس میله فلزی دیگر بر روی فویل دوم قرار می‌گیرد و سیستم در داخل بلوک سیلیکون کاربرد قرار می‌گیرد.

برای کارکرد درست دستگاه باید قبل از قرار گرفتن سیستم در کوره از اطمینان حاصل کرد که هیچ لقی بین میله‌ها و بلوک سیلیکون کاربرد وجود نداشته باشد. برای این کار بایستی گپ مورد نظر را با کمک صفحات فولادی نازک با ضخامت‌های مختلف پر کرد. هر گونه لقی باعث کاهش فشار نهایی پرس می‌گردد.

### ۳-۲- پرس ایزو استاتیک گرم<sup>۱</sup>

شکل ۳ پرس ایزو استاتیک گرم را نشان می‌دهد. در این فرآیند، قطعه معمولاً در یک ماده لاستیکی (ماده‌ای که در دمای شکل‌دهی خواص هاپر الاستیک از خود بروز می‌دهد) پوشیده شده و در یک مخزن فشار قرار می‌گیرد. این مخزن معمولاً توسط گازی بی‌اثر مانند آرگون پر می‌شود. البته در مورد موادی که در دمای شکل‌دهی اکسید نمی‌شوند این کار لازم نیست. با گرم شدن مخزن، فشار گاز درون مخزن بالا می‌رود و این افزایش فشار از طریق پوشش لاستیکی به قطعه تحت شکل‌دهی منتقل می‌شود. به این ترتیب قطعه هم‌زمان تحت فشار و حرارت قرار گرفته و شکل می‌گیرد. قطعه شکل گرفته از این روش دارای چگالی نزدیک به چگالی نظری و خواص فیزیکی عالی برخوردار هستند. مشکل اصلی محدودکننده استفاده از این روش، قیمت بالا و در دسترس نبودن آن است [۴۱،۴۰].



شکل ۳ پرس ایزو استاتیک گرم

### ۳-۳ پرس داغ<sup>۲</sup>

در این روش محفظه تحت پرس توسط کوره الکتریکی یا القایی گرم می‌شود و ماده به طور هم‌زمان فشرده می‌شود. این روش به اندازه پرس ایزو استاتیک گران قیمت و دور از دسترس نیست اما همچنان پرس داغ دما بالا که در شکل‌دهی سرامیک‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد، قیمت بالایی دارد و هزینه بالایی را برای ساخت تحمیل می‌کند.

### ۴- پرس داغ انبساطی

پرس داغ انبساطی، دستگاه معرفی شده در این مقاله است که در پاسخ به نیاز به ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی با تخلخل پایین و ارزان قیمت‌تر از روش‌های مشابه، طراحی شد. اشکال ۴ و ۵ به ترتیب نقشه فنی و شکل دستگاه ساخته شده را نشان می‌دهند. قطعه شماره یک بلوک سیلیکون کاربرد است. ماده‌ای با ضریب انبساط حرارتی بسیار پایین و استحکام کششی بالا. این قطعه در ابتدا به صورت بلوک بوده و سپس یک مکعب مستطیل از آن خالی شده است. قطعات شماره ۲ و ۳ میله‌هایی از جنس آلیاژ ۴۸۴۱ هستند که ضریب انبساط حرارتی بالایی در مقایسه با بلوک سیلیکون کاربرد دارند. ترکیب ضریب انبساط حرارتی بالای این دو قطعه و ضریب انبساط حرارتی پایین سیلیکون کاربرد فشار پرس را تأمین می‌کند.

1. Hot Isostatic Pressing (HIP)  
2. Pressure vessel  
3. Hot Pressing



شکل ۷ ریختن پودر در قالب



شکل ۸ قرار دادن میله دوم



شکل ۹ دستگاه کامل شده و آماده برای قرار دادن در کوره

با فرض پرس در دمای 490 درجه سانتی‌گراد، می‌توان ضریب انبساط حرارتی میله فلزی را  $17 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  [۴۴] و ضریب انبساط حرارتی بلوک سیلیکون کاربید را  $4 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  [۴۵] فرض کرد. همچنین مدول یانگ نیز ۱۶۳GPa خواهد بود. میزان انبساط حرارتی این میله از رابطه (۱) حساب می‌شود:

$$\Delta L = L_1 \alpha \Delta T = 134 * 13 * 10^{-6} * 470 = 0.82 \text{mm} \quad (1)$$

این مقدار به‌ظاهر ناچیز، با فرض این که نیمی از آن صرف فشرده کردن پودر با ضخامت 1mm و لقی مونتاژ شود، تنش بالاتر از تنش تسلیم فولاد می‌دهد و در نتیجه با فرض رفتار الاستیک-پلاستیک کامل و با صرف نظر از کارسختی، با تنش تسلیم فولاد در آن دما (256MPa) پودر را پرس می‌کند.

$$\sigma = E \varepsilon = E * \frac{\Delta L}{L_1} = 163 * 10^9 * \frac{0.41}{134} = 4.99 * 10^8 \text{Pa} = 499 \text{MPa} \quad (2)$$

البته لازم به ذکر است که با توجه به عدم قطعیت در خواص مواد و همچنین روش مونتاژ، این اعداد دقیق نیستند و با توجه به شرایط کاری، امکان اعتبار سنجی وجود ندارد. پس از پرس ماده، با توجه به چسبیدن قطعه به قالب گرافیتی، با افزایش دما تا ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت، قالب گرافیتی سوخته و حذف می‌گردد. سپس برای بررسی کیفیت پخش کربنات در زمینه لیتیوم آلومینات، دمای قطعه تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد بالا می‌رود تا نمک کربنات از آن خارج شود.

پس از انجام مراحل قبل، دستگاه آماده قرار گرفتن در کوره است. با افزایش دمای کوره، میله فلزی منبسط‌شده و بلوک سرامیکی، انبساطی به مراتب کمتر را متحمل خواهد شد. این اختلاف انبساط باعث ایجاد فشار در پرس می‌شود و پودر مورد نظر پرس می‌شود. پس از حدود نیم ساعت فرآیند کامل شده است و می‌توان دستگاه را از کوره درآورد. در صورت چسبیدن قطعه به فویل‌های گرافیتی که نقش قالب را بازی می‌کنند، باید قطعه و قالب به هم چسبیده را در کوره‌ای با دمای بیش از ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار داد تا فویل گرافیتی سوخته و قطعه سالم در کوره باقی بماند. این روش، روشی ارزان قیمت است که دستیابی به صفحاتی بسیار نازک را با تخلخلی بسیار پایین میسر می‌کند.

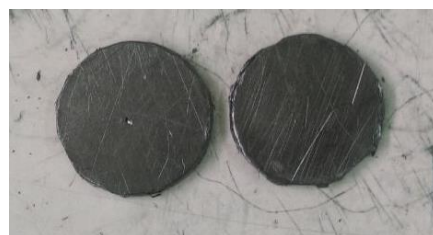
دمای قابل استفاده برای این روش تا ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد است. در مورد دماهای ۷۰۰ درجه تا هزار درجه سانتی‌گراد بهتر است از کوره‌ای سریع یا کوره اتمسفر خنثی استفاده کرد چون در کوره‌های اتمسفر اکسند فویل گرافیتی به تدریج خورده می‌شود پس یا باید جلوی خوردگی آن را گرفت و یا زمان توقف در دماهای بالاتر از ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد را کاهش داد. در مورد دمای بالای هزار درجه سانتی‌گراد میله استیل جواب نمی‌دهد و باید از مواد دیگری با دمای کارکرد بالا و ضریب انبساط حرارتی نسبتاً بالا استفاده کرد. به عنوان نمونه‌ای از این مواد می‌توان به سوپر آلیاژهای کبالت اشاره کرد.

#### ۵- ماده تحت شکل‌دهی

پودر شکل‌دهی شده در این پروژه، لیتیوم آلومینات یک میکرون است که به صورت میزان ۵۰٪ وزنی با ترکیب یوتکتیک [۴۲] لیتیوم کربنات و پتاسیم کربنات مخلوط شده است. نمک کربنات در این ترکیب نقش گدازآور را دارد و دمای زینترینگ لیتیوم آلومینات را پایین می‌آورد. دمای شکل‌دهی این ترکیب در کارهای مشابه مانند [۴۳] کمی پایین‌تر از دمای ذوب نمک کربنات است. دمای انتخاب‌شده برای این مقاله ۴۹۰°C است.

#### ۶- روش کار دستگاه

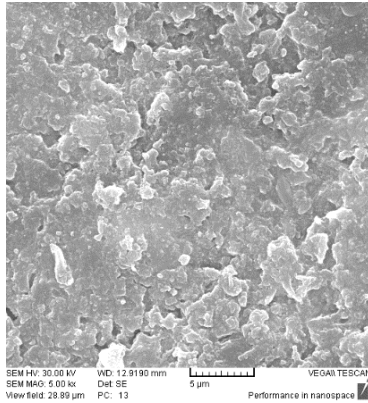
مونتاژ دستگاه طبق شکل ۴ انجام می‌شود. در ابتدا بوش فلزی که یکی از فویل‌های گرافیتی (شکل ۶) در داخل آن قرار گرفته است، بر روی یکی از میله‌های فلزی قرار می‌گیرد. پودر ماده مورد نظر در داخل محفظه به وجود آمده بر روی فویل ریخته شده (شکل ۷) و فویل دوم بر روی آن قرار می‌گیرد. پس از این مرحله طبق شکل ۸ میله دوم بر روی فویل دوم قرار گرفته و مجموعه در داخل بلوک سرامیکی قرار می‌گیرد. شکل ۹ دستگاه آماده‌شده برای قرار دادن در کوره را نشان می‌دهد. پس از این مرحله، دستگاه در داخل کوره الکتریکی قرار گرفته و گرم می‌شود. اختلاف انبساط حرارتی بین بلوک سیلیکون کاربید و میله‌های فولادی، موجب ایجاد فشار هم‌زمان حرارت در پودر تحت پرس می‌گردد. شکل‌های ۶ تا ۹ مراحل ساخت را نشان می‌دهند.



شکل ۶ فویل‌های گرافیتی بریده‌شده توسط چاقوی معمولی



شکل ۱۰ قطعه ساخته شده با ضخامت مختلف

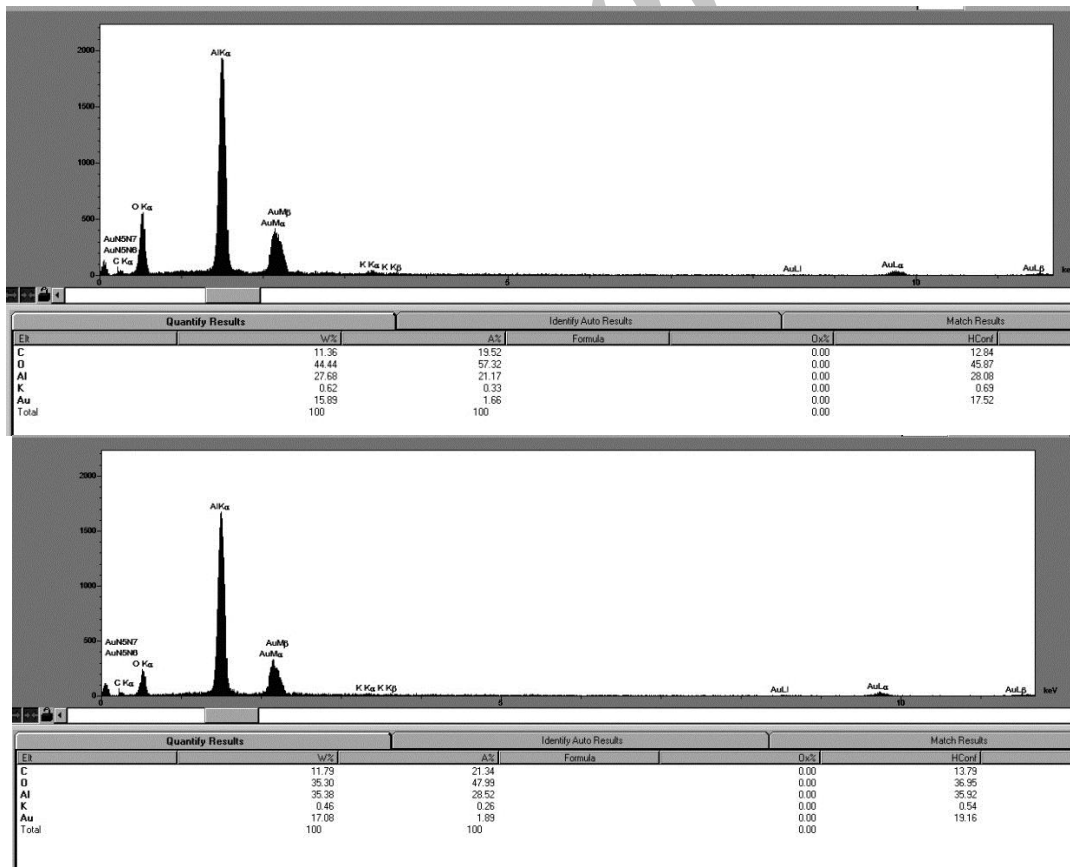


شکل ۱۱ عکس میکروسکوپی قطعه پرس شده

پس از انجام این مراحل، قطعه تحت عکسبرداری میکروسکوپی قرار گرفت. مناطقی که در قطعه گرم شده تا ۱۰۰۰ درجه خالی هستند، در قطعه اصلی حاوی نمک کربنات بوده اند.

### ۷- نتایج

همان گونه که اشاره شد مزیت روش پرس داغ دستیابی به ماده ای تقریباً چگال است که خواص مکانیکی خوبی را نتیجه می دهد. البته میزان دستیابی به این مهم بستگی به فشار پرس دارد که در این روش، فشاری بسیار بالا به قطعه اعمال می شود. برای بررسی کیفیت کار پرس در ساخت قطعه ای با تخلخل بسیار پایین، قطعه ساخته شده تحت عکس برداری میکروسکوپی قرار گرفت. شکل ۱۰ قطعه ساخته شده و شکل ۱۱ تصویر میکروسکوپی این قطعه را نشان می دهد. همان گونه که در شکل ۱۰ مشاهده می شود این دستگاه توانایی شکل دهی صفحاتی از ضخامت ۲۰۰ میکرون تا ۲mm را دارد. همان گونه که مشاهده می شود، قطعه ساخته شده به صورت تقریباً چگال در آمده و این اتفاق، نشان دهنده عملکرد مناسب پرس است. مرحله بعدی در بررسی عملکرد دستگاه، بررسی کیفیت اختلاط تقویت کننده در زمینه است که فقط در صورت پخش یکنواخت آن امکان استحصال نتیجه مورد نظر از ساخت کامپوزیت امکان پذیر است. برای بررسی پخش یکنواخت پودر نمک کربنات در زمینه لیتیم آلومینات، ماده در دمای ۱۰۰۰ درجه گرم شد و در نتیجه، نمک کربنات آن ذوب گردید. شکل ۱۲ نتیجه آنالیز EDX میکروسکوپ SEM را در نقاط مختلف نشان می دهد.



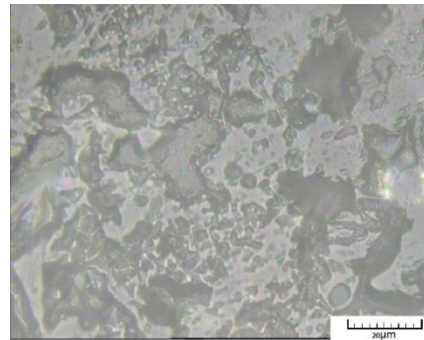
شکل ۱۲ ترکیب قطعه ساخته شده در مکان های مختلف با استفاده از حالت EDX میکروسکوپ SEM

موفق نمک کربنات از زمینه لیتیم آلومینات است. این خروج، بدان معنیست که محل های خالی در عکس میکروسکوپی، محل هایی هستند که قبلاً توسط

همان گونه که مشاهده می شود، در نقاط مختلف میزان کربن کاهش چشمگیری پیدا کرده و به مقدار ناچیزی رسیده است که نشان از خروج

- [9] Izumi, T. and Kaya, H., "Ceramic Matrix Composites Application in Automotive Gas Turbines", Journal of Engineering for gas turbines, Vol. 119, No. 4, pp. 790-798, 1997.
- [10] Nishio, K. Igashira, K. Take, K. and Suemitsu, T., "Development of a Combustor Liner Composed of Ceramic Matrix Composite (CMC)", Journal of Engineering for gas turbines, Vol. 121, No. 1, pp. 12-17, 1999.
- [11] Miriyala, N., Simpson, J.F., Parthasarathy, V.M. and Brentnall, W.D., "The Evaluation Of CFCC Liners After Field-Engine Testing In A Gas Turbine", ASME paper, (99-GT), p. 395, 1999.
- [12] More, K. L., "Exposure Of Ceramics And Ceramic Matrix Composites In Simulated And Actual Combustor Environments." ASME 1999 International Gas Turbine and Aeroengine Congress and Exhibition, American Society of Mechanical Engineers, 1999.
- [13] Jurf, Robert A. and Butner, S. C., "Advances in oxide-oxide CMC." In ASME 1999 International Gas Turbine and Aeroengine Congress and Exhibition, pp. V004T02A002-V004T02A002. American Society of Mechanical Engineers, 1999.
- [14] Sternitzke, M., "Structural ceramic Nanocomposites." Journal of the European Ceramic Society Vol.17, No. 9, 1061-1082, 1997.
- [15] Jones, J., "Stealth Technology—the Art of Black Magic", Blue Ridge Summit, PA: Tab Books, 1989.
- [16] Evans, A. G. and David B. M., "Overview No. 85 The Mechanical Behavior Of Ceramic Matrix Composites." Acta Metallurgica Vol.37, No. 10, pp.2567-2583, 1989.
- [17] Clegg, William J., "The Fabrication And Failure Of Laminar Ceramic Composites." Acta metallurgica et materialia Vol.40, No. 11, pp.3085-3093, 1992.
- [18] Davidge, R. W., Brook, R.J., Cambier, F., Poorteman, M., Leriche, A., O'sullivan, D., Hampshire, S. and Kennedy, T., "Fabrication, Properties, And Modelling Of Engineering Ceramics Reinforced With Nanoparticles Of Silicon Carbide." British ceramic transactions Vol. 96, No. 3 pp.121-127, 1996.
- [19] Sambell, R. A. J. Bowen, D.H. and Phillips, D.C., "Carbon Fibre Composites With Ceramic And Glass Matrices." Journal of Materials Science Vol.7, No. 6 pp: 663-675, 1972.
- [20] Beier, W. and Markman, S. "Fiber-Reinforced Glass." Advanced Materials and Processes", Vol.152, No. 6, 1997.
- [21] Holmquist, M., Lundberg, R., Razzell, T., Sudre, O., Molliex, L. and Adlerborn, J., "Development Of Ultra-High Temperature Ceramic Composites For Gas Turbine Combustors." In ASME 1997 International Gas Turbine and Aeroengine Congress and Exhibition, American Society of Mechanical Engineers, pp. V004T13A018-V004T13A018, 1997.
- [22] Becher, P. F. Sun, E. Y., Plucknett, K. P., Alexander, K. B., Hsueh, C., Lin, H. and Waters S.T., "Microstructural Design Of Silicon Nitride With Improved Fracture Toughness: I, Effects Of Grain Shape And Size." Journal of the American Ceramic Society Vol. 81, No. 11 pp.2821-2830, 1998.
- [23] Sun, E. Y. Becher, P. F., Plucknett, K. P., Hsueh, C., Alexander, K. B., Waters, S. B., Hiraio K. and Brito, M. E., "Microstructural Design Of Silicon Nitride With Improved Fracture Toughness: II, Effects Of Yttria And Alumina Additives." Journal of the American Ceramic Society-Including Communications of the American Ceramic Society, Vol. 81, No. 11 pp.2831-2840, 1998.
- [24] Sternitzke, M. Derby, B. and Brook, R. J., "Alumina/Silicon Carbide Nanocomposites By Hybrid Polymer/Powder Processing: Microstructures And Mechanical Properties." Journal of the American Ceramic Society Vol. 81, No. 1 pp.41-48, 1998.
- [25] Niihara, K. and Nakahira, A., "Strengthening And Toughening Mechanisms In Nanocomposite Ceramics." In Annales de chimie, Vol. 16, No. 4-6, pp. 479-486. Lavoisier, 1991.
- [26] Zhao, J. Stearns, L. C. Harmer, M. P., Chan, H. P. Miller, G. A. and Cook, R. A., "Mechanical Behavior of Alumina-Silicon Carbide Nanocomposites" Journal of the American Ceramic Society, Vol.76, No. 2, pp.503-510, 1993.
- [27] Ohji, T. Jeong, Y. Cho, Y. and Niihara, K., "Strengthening And Toughening Mechanisms Of Ceramic Nanocomposites." Journal of the American Ceramic Society Vol. 81, No. 6, pp.1453-1460, 1998.
- [28] Jiao, S., Jenkins, M. L. and Davidge, R. W., "Interfacial Fracture Energy-Mechanical Behaviour Relationship In Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC And Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN Nanocomposites." Acta materialia, Vol.45, No. 1 pp.149-156, 1997.
- [29] Ohji, T. Hirano, T. Nakahira, A. and Niihara, K., "Particle/Matrix Interface And Its Role In Creep Inhibition In Alumina/Silicon Carbide Nanocomposites." Journal of the American Ceramic Society Vol.79, No. 1 PP: 33-45, 1996.
- [30] Kaplan, W. D. Levin, L. and Brandon, D. G., "Significance Of Faceting On SiC Nanoparticles In Alumina." In Materials Science Forum, Vol. 207, pp. 733-736. 1996.
- [31] Knowles, K. M. and Turan, S., "Atomic Structure of aΣ=9<011> Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Tilt Grain Boundary." In Materials Science Forum, Vol. 207, pp. 353-356. 1996.
- [32] Kleebe, H. J. Hoffmann, M. J. and Rühle, M., "Influence Of Secondary Phase Chemistry On Grain Boundary Film Thickness In Silicon Nitride." Zeitschrift für Metallkunde Vol. 83, No. 8 pp: 610-617, 1992.

نمک کربنات اشغال شده بودند و یکدستی در پخش آن‌ها، یکدستی در پخش نمک کربنات را معنی می‌دهد. در مرحله بعدی عکس میکروسکوپی قطعه گرفته شد که با بررسی آن، پخش تخلخل یکدستی مشاهده شد.



شکل ۱۳ عکس میکروسکوپی قطعه پرس شده

قطعه ساخته‌شده همچنین ۳۰ مرتبه تا دمای ۶۵۰°C گرم شده و سرد شد و با توجه به عدم مشاهده شکست در قطعه، تحمل شوک حرارتی آن "بالا" گزارش شد. همچنین با قرار دادن قطعه تحت تست سختی ویکرز، سختی ۱۴۲/۳ به دست آمد که نزدیک به سختی به‌دست‌آمده در مقاله [۴۶] است.

#### ۸- جمع‌بندی

در این مقاله روشی جدید و ارزان‌قیمت برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی (CMC) معرفی شد. این روش برای ساخت صفحات نازک مناسب بوده و دستیابی به ماده‌ای با تخلخل بسیار پایین را با هزینه‌ای بسیار ناچیز میسر می‌کند. این دستگاه برای کارکرد تنها به یک کوره الکتریکی معمولی نیاز دارد. قطعه ساخته‌شده با این روش تحت آزمون‌های مختلف قرار گرفت و نتایج آن، این دستگاه را مناسب برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی با تخلخل پایین، ترکیب یکدست، مقاوم در برابر حرارت و دارای سختی قابل‌قبول معرفی کرد.

#### ۹- مراجع

- [1] Dauskardt, R. H. James M. R. Porter, J. R. and Ritchie R. O., "Cyclic Fatigue-Crack Growth in a SiC-Whisker-Reinforced Alumina Ceramic Composite: Long- and Small-Crack Behavior," Journal of the American Ceramic Society", Vol. 75, No. 4, pp. 759-771, 1992.
- [2] McMeeking, R. M. and Evans, A. G., "Matrix Fatigue Cracking In Fiber Composites" Journal of Mechanics of Materials , Vol. 9, No. 3, pp. 217-227, 1990.
- [3] "Basics About Metals, Ceramics And Polymers", <http://www.lehigh.edu/~amb4/wbi/kwardlow/basicsofmcpc.htm>, available in 1, February 2016.
- [4] Smith, P. A. and Yeomans, J. A., "Materials Science and Technology", Vol. 2, pp. 6.
- [5] Cantor, B. Dunne, F. and Stone, I., "Metal and Ceramic Matrix Composites", Series in materials science and Engineering, Chapter 5, "Ceramic matrix composites for industrial gas turbines", Hazell, M., pp. 77-86, 2004.
- [6] Chawla, K. K., "Ceramic Matrix Composites", Chapman and Hall, London, 1993.
- [7] Herbel, T. and Eckel, A. J., "Ceramic Matrix Composite Applications in Advanced Liquid Fuel Rocket Engine Turbomachinery" Journal of Engineering for gas turbines, Vol. 28, No. 1, pp. 58-63, 1993.
- [8] Duffy, S. F. Palko, J. I. De Bellis, C. L. Edwards, M. J. and Hindman, D. L., "Design Protocols and Analytical Strategies that Incorporate Structural Reliability Models", Journal of Engineering for gas turbines, Vol. 119, No. 4, pp. 782-789, 1997.

- [33] Turan, S. and Knowles, K. M., "High Resolution Transmission Electron Microscopy Of The Planar Defect Structure Of Hexagonal Boron Nitride." *Physica status solidi (a)* Vol. 150, No. 1, pp: 227-237, 1995.
- [34] Turan, S. and Knowles, K. L., "The Crystallography of Interphase Boundaries between Silicon Carbide and Silicon Nitride in Silicon Nitride—Silicon Carbide Particulate Composites." *Interface Science* Vol. 8, No. 2-3 pp: 279-294, 2000.
- [35] Clarke, D. R., "On The Equilibrium Thickness Of Intergranular Glass Phases In Ceramic Materials." *Journal of the American Ceramic Society* Vol. 70, No. 1 pp: 15-22, 1987.
- [36] Knowles, K. M. and Turan S., "The Dependence Of Equilibrium Film Thickness On Grain Orientation At Interphase Boundaries In Ceramic-Ceramic Composites." *Ultramicroscopy* Vol. 83, No. 3, pp: 245-259, 2000.
- [37] Schuberta, T. H., Trindadeb, B., Weißgärbera, T. and Kiebacka, B., "Interfacial Design Of Cu-Based Composites Prepared By Powder Metallurgy For Heat Sink Applications" *Journal of Materials Science and Engineering: A*, Vol. 475, No. 1-2, pp. 39-44, 2006.
- [38] Iran Composites association  
[http://www.ircomas.org/persian/?\\_extension=comContent-%3EcomNews-%3Edisplay\\_item&\\_template=page&id=3295](http://www.ircomas.org/persian/?_extension=comContent-%3EcomNews-%3Edisplay_item&_template=page&id=3295), available in 1, February 2016.
- [39] Shiqiang, H. Yide, Z. Danny, X. and Mingzhong, W., "Tape Casting Method And Tape Cast Materials", US Patent, 7794557 B2, 2010.
- [40] Nakai, T. Yoneda, M., Kofune, S. and Fujikawa, T., "Hot isostatic pressing apparatus and hot isostatic pressing method", US Patent, 7011510B2, 2006.
- [41] Schoberth, A., "Method Of Manufacturing A Component By Hot Isostatic Pressing", EP patent 2551040A1, 1974.
- [42] Janz, G. J. and Lorenz M. R., "Solid-Liquid Phase Equilibria for Mixture of Lithium, Sodium, and Potassium Carbonates", *Journal of chemical engineering*, Vol6, No.3, 1961.
- [43] Nakamura, J., "Molten Carbonate Fuel Cell And Method Of Manufacturing Electrolyte Plate Thereof", US patent 4710436, 1987.
- [44] Nickel Development Institute, A designer's handbook, No 9004, pp16-17.
- [45] <http://accuratus.com/silicar.html>, available in 1, February 2016.
- [46] Li, T.L. Dickon H.L., "Formation Of  $\Gamma$ -LiAlO<sub>2</sub> Nano-Network In An Al-Based Metal Matrix Composite", *J. materials letters* 61 (2007) pp1109-1113.

Archive of SID