مدينة الملك عبدالعزيز
للعلوم والتقنية KACST

[19] المملكة العربية السعودية SA
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ٣٥٤٩
[45] تاريخ المنح: ١٤٣٥/١٠/١٥ هـ
الموافـــق: ٢٠١٤/٠٨/١١ م

[12] براءة اختراع

[72] اسم المخترع: هوغ غافن تشارلز هاميلتون

[73] مالك البراءة : جونسون ماتثي ببلك ليمتد كمباني
عنوانه: ٤٠- ٤٢ هاتون جاردن، لندن اي سي١ ان ١٨اي اي، بريطانيا
جنسيته: بريطانية

[74] الوكيل: حسن عيسى الملا

[21] رقم الطلب: ١١٠٣١٠٧٧٠

[22] تاريخ الإيداع : ١٤٣١/١١/٠٥ هـ
الموافق : ٢٠١٠/١٠/١٣ م

[30] بيانات الأسبقية:

GB	٠٩١٧٩٨٨	٢٠٠٩/١٠/١٤م

[51] التصنيف الدولي (IPC[8]) :
B22F 003/012

[56] المراجع:

US	٥٨٨٢٨٠٢	١٩٩٩/٠٣/١٦م
US	٢٠٠٥١٩٦٣١٢	٢٠٠٥/٠٩/٠٨م

اسم الفاحص: خالد بن أحمد الحازمي

[54] اسم الاختراع: طريقة للتحكم في محتوى الكربون و/ أو الاكسجين في مادة

A method for controlling the carbon and/or oxygen content in a material

[57] الملخص: يتعلق الاختراع الحالي بطريقة method للتحكم في محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen في مادة، تشتمل الطريقة على الخطوات التالية:

أ) تكوين تركيبة وسيطة تشتمل مسحوق واحد على الاقل، على الاقل مجموعة معدن بلاتينيوم platinum واحد على الاقل رابط واحد.

ب) تكوين المادة عن طريق صب المسحوق بالحقن powder injection molding، حيث يتم إزالة جزء على الاقل من الكربون carbon و/ أو، الاكسجين oxygen بواسطة مجموعة بلاتين معدنية platinum group metal واحد على الاقل.

عدد عناصر الحماية (١٩)، عدد الأشكال (٦)

طريقة للتحكم في محتوى الكربون و/ أو الاكسجين في مادة

A method for controlling the carbon and/or oxygen content in a material

الوصف الكامل

خلفية الاختراع:

يتعلق الاختراع الحالي بطريقة للتحكم في محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen في مادة متكونة بواسطة صب مسحوق بالحقن. على وجه الخصوص، يقدم الاختراع سبيكة، يفضل أن تكون من التيتانيوم titanium، أو معدن خزفي له نقاء محسن.

تستخدم العديد من السبائك المعدنية في تطبيقات مختلفة، كل سبيكة يكون لها مجموعة من الخصائص الخاصة بها، مثل القوة، الليونة، مقاومة التغير في الشكل، مقاومة الصدأ أو التآكل، ومقاومة الاستهلاك. على سبيل المثال، بالرغم من أن التيتانيوم titanium النقي يكون شديد المقاومة للتآكل، فإن مقاومته للتآكل من الممكن أن تحسن عن طريق عمل سبيكة منه من ٠,١٥% بالوزن من البالاديوم palladium. كذلك، فإن Ti-6Al-4V من سبيكة تيتانيوم titanium لها قوة شديدة، مقاومة لتغير الشكل والاستهلاك. مقاومة التآكل الخاصة بـ Ti-6Al-4V من الممكن أيضاً أن تحسن بإضافة البالاديوم palladium .

الانتاج العالمي من التيتانيوم titanium يعتبر قليل مقارنة بالمعادن أو السبائك الاخرى ومعظم التيتانيوم titanium المنتج يتم إستخدامه في الصناعات الفضائية. صناعات أخرى، تواجه صعوبات في مصادر المواد المطلوبة وأيضاً فإنها تجد من غير المناسب المحافظة على مخزون كبير من سبائك التيتانيوم titanium alloys نتيجة إرتفاع ثمنه.

تصمم المعادن الخزفية بحيث أنهم يبدون خصائص كلاً من السيراميك والمكونات المعدنية. في هذا الصدد، فإن مكون السيراميك من الممكن أن يساهم للمقاومة العالية لدرجة الحرارة والصلابة، والمحتوى المعدني، يساهم في تعديل الشكل البلاستيكي. المعادن الخزفية يتم إستخدامهم في الصناعات الالكترونية (في صناعة المقاومات والمكثفات)، المفصلات الخزفية- المعدنية واللحافات، وأيضاً في التطبيقات الطبية مثل في مجال الاسنان.

الصب بحقن المسحوق Powder injection molding (PIM) هي طريقة معروفة لانتاج تركيبات مصممة (إنظر، على سبيل المثال

"Injection Molding of Metals and Ceramics" by Randall M. German and Animesh Bose, MPIF Publishers, 1997 (ISBN No. 1-878-954-61-X),

الذي يتواجد هنا على سبيل المرجعية لجميع الاغراض. عموماً، فإن PIM تتضمن خلط مسحوق ورابط لتكوين مركبات وسيطة، التي يتم طحنها وصبها بالحقن لتكوين جسم أخضر. بعد ذلك يتم تحويل الجسم الاخضر إلى جسم بني بواسطة إزالة الرابط، عملية إزالة الرابط من الممكن أن تكون حرارية، من الممكن إزالة الرابط بواسطة الاستخراج بمذيب، أو مزيج من كلتا الطريقتين. بغض النظر عن الطريقة التي يتكون عن طريقها الجسم البني، فإن الخطوة الاخيرة للعملية تتضمن التلبد لانتاج ما هو معروف بالجسم الابيض.

أحد العيوب المصاحبة لـ PIM تتعلق بأن المساحيق لها قابلية للتفاعل مع غازات العملية (مثل الهيدروجين hydrogen، الاكسجين oxygen أو النيتروجين nitrogen) هي الحاجة للمحافظة على مستوى عالي من النقاء أثناء عملية التصنيع. إعتماداً على مسحوق المعدن المستخدم، التحكم الفقير في غازات العملية وإنصراف درجة الحرارة من الممكن أن يؤدي إلى تكوين مستويات غير مستحبة من، على سبيل المثال، شوائب الاكسيد oxide، النيتريد nitride، أو الهيدريد hydride داخل الاجسام المعدنية المتلبدة. إستخدام حالة PIM للتيتانيوم titanium، كمثال، فإنه من المعروف أن تكوين أوكسيدات التيتانيوم titanium oxides، النيتريدات أو الهيدرات من الممكن أن يحدث في ظروف درجة حرارة تستخدم أثناء عملية PIM وفي وجود على الترتيب، أكسجين oxygen، نيتروجين nitrogen أو هيدروجين hydrogen. من الملاحظ أن وجود عناصر إنتقالية في السبائك interstitial alloying elements من الممكن أن يكون لها تأثيرات كبيرة على خصائص السبائك و، هكذا يتم تحديدها بتركيبات السبائك (إنظر على سبيل المثال،

"Titanium and Titanium Alloys" in Kirk-Othmer: Encyclopaedia of Chemical Technology, 4th Edition, Vol. 24, pg 186-224,

المتواجدة هنا على سبيل المرجعية لجميع الاغراض. عيب ثاني مصاحب لـ PIM هي وجود كميات كبيرة نسبياً من المواد العضوية في الاجسام الخضراء، مطلوبة حيث أن الروابط تؤثر بشكل كبير على عمليات الصب، من الممكن أن تؤدي إلى مستويات غير مستحبة من

الشوائب الكربونية في الاجسام المتلبدة النهائية. في حالة التيتانيوم titanium وسبائك التيتانيوم titanium alloys، على سبيل المثال، فإن وجود شوائب كربونية carbon-based impurities يكون محدد عن مستوى منخفض، على وجه الخصوص أقل من ٠,١%، لتجنب ظهور طبقات كربيد هشه وصلبة بمستوى أكبر من ٠,٢% في السبيكة (إنظر على سبيل المثال، القائمة الدولية ASTM لمعايير سبائك التيتانيوم titanium، التي تتواجد هنا على سبيل المرجعية لجميع الاغراض. بالاضافة إلى إمكانية تكوين شوائب كربونية carbon-based impurities في الاجسام البيضاء، فإن الشئ المشترك بين إختيار تركيب الرابط وظروف العمليات لازالة الرابط من الممكن أن تؤدي إلى تكوين شوائب أخرى غير مستحبة من الاكسجين oxygen، الهيدروجين والنيتروجين في الاجسام المتلبدة النهائية. على سبيل المثال، الجداول II و III في "Getting better: big boost for titanium MIM prospects" بواسطة

S. Froes (in Metal Powder Report Volume 61, Issue 11, December 2006, Pages 20-23,

المتواجدة هنا على سبيل المرجعية لجميع الاغراض) على الترتيب قائمة إختيار تركيبات رابط PIM لسبائك التيتانيوم titanium وخصائص السبائك الملبدة المنتجة بإستخدام هذه التركيبات، آولياً على النطاق المعملي. معظم عمليات إزالة الرابط تتضمن عمليات حرارية، أو عمليات قائمة على الاستخراج بالمذيب، أو أحياناً، خليط من كلتا العمليتين. في حين أن العمليات القائمة على الاستخراج بالمذيب تظهر بأنها قادرة على إنتاج أجسام تيتانيوم titanium متلبدة بمستويات نقاء قليلة. أحجام المذيب الملوث تنتج كتيارات فاقدة التي تتطلب معالجة وتخلص متلاحقين. من الواضح من مراجعة هذه الجداول أن تحقيق مكونات السبائك المتلبدة مع مستويات ASTM ثابتة من الشوائب تبقى تحدي لعديد من الممارسين في هذا المجال.

بقدر ما كانت الطرق القائمة على الحرارة معينة، فإنه من المفهوم أن هذه الانواع من العمليات من الممكن أن تحل المشاكل المصاحبة مع التخلص من النفايات السائلة. بالرغم من هذا، فإنه كما علق Froes في المقال السابق ذكره، حتى هذه الروابط معروفة

بأنها تفك البوليمرات polymer إلى المونومرات monomers الاولية، ومن الممكن لهذه الروابط أن تترك بقايا غير مرغوب فيها في أجسام التيتانيوم titanium MIM الملبدة. إزالة البلمرة، أو الفك، يميلوا إلى الحدوث عند درجة حرارة قريبة لدرجات الحرارة بحيث يعتبر أخذ الشوائب شئ لا يستهان به، ويقترح أن تكون ٢٦٠°م أو أكثر للمكونات التي تشتمل على التيتانيوم titanium.

تصف براءة الإختراع الأمريكية ٢٠٠٨٠١٩٩٨٢٢ (إلى BASF) جهاز للازالة المحفزة المستمرة للروابط من الاجسام المعدنية و/ أو الخزفية المنتجة عن طريق صب المسحوق بالحقن powder injection molding. تتضمن الطريقة إستخدام حمض النيتريك nitric acid الغازي الذي يتفاعل مع الرابط. هكذا، فإن براءة الإختراع الأمريكية ٢٠٠٨٠١٩٩٨٢٢ تعتبر ضعيفة من ناحية تقليل محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen الذي من الممكن أن يحدث كنتيجة لبقايا الرابط المتبقية في الاجزاء البنية. وأيضاً لا تصف براءة الإختراع الأمريكية ٢٠٠٨٠١٩٩٨٢٢ المحافظة على مستوى جيد من النقاء خلال عملية PIM.

الوصف العام للاختراع:-

الاختراع الحالي يحاول التغلب على العيوب المذكورة أعلاه. على وجه الخصوص فإنه وجد أن وجود بواسطة مجموعة بلاتينيوم معدنية platinum group metal افي التركيبة الوسيطة من الممكن أن ينتج عن تصنيع الاجسام المتلبدة النهائية التي يكون لها تركيز أقل من الشوائب عن الاجسام المماثلة التي تتكون من دون إدخال بلاتينيوم المعدنية. طبقاً لذلك، فإن الاختراع يعطي طريقة للتحكم في محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen في مادة تشتمل على الخطوات التالية:

أ) تكوين تركيبة وسيطة تشتمل مسحوق واحد على الاقل، على الاقل مجموعة معدن بلاتينيوم platinum واحد على الاقل رابط واحد،

ب) تكوين المادة عن طريق صب المسحوق بالحقن powder injection molding،

حيث يتم إزالة جزء على الاقل من الكربون carbon و/ أو، الاكسجين oxygen بواسطة مجموعة معدن بلاتين واحد على الاقل.

في أحد التجسيمات، يوضح الاختراع طريقة للتحكم في محتوى الكربون carbon في مادة. في أحد التجسيمات المفضلة، يتم التحكم في محتوى الكربون carbon إلى مستوى ≥ ٠,١% بالوزن في الجسم المتلبد النهائي.

في تجسيم آخر، يعطي الاختراع طريقة للتحكم في محتوى الاكسجين oxygen في مادة. في تجسيم مفضل آخر، يتم التحكم في محتوى الاكسجين oxygen ليكون بمستوى < ٠,٣% بالوزن من الاكسجين oxygen في الجسم المتلبد النهائي.

في تجسيم آخر، يوضح الاختراع طريقة للتحكم في محتوى الكربون carbon والاكسجين oxygen في مادة.

من الممكن أن تكون المادة عبارة عن سبيكة، ومن هذا المنطلق، فإن مسحوق التركيبة الوسيطة سوف يكون معدني ويفضل أن يشتمل على واحد على الاقل من التيتانيوم titanium، الموليبدنيوم molybdenum، التنجستين tungsten، النيكل nickel أو الحديد iron. عندما يحتوي المسحوق على معدن واحد، فإن التيتانيوم مثل التيتانيوم المتاح تجارياً يكون هو المفضل. عندما يحتوي المسحوق على أكثر من معدن في صورة سبيكة واحدة أو أكثر، فإن سبائك التيتانيوم (مثل Ti-6Al-4V) أو سبائك الحديد مثل الصلب، وعلى وجه الخصوص، ستانليس ستيل stainless steel يكونوا مفضلين. في أحد التجسيمات، فإن المسحوق يشتمل على معدن واحد على الاقل نشط. في أحد التجسيمات الخاصة المفضلة، فإن المسحوق يشتمل على التيتانيوم أو سبائك التيتانيوم. بديلاً لذلك، فإن المسحوق من الممكن أن يشتمل على خليط من المعادن.

عندما يكون المعدن عبارة عن سبيكة ويشتمل المسحوق على معدن واحد على الاقل، فإن عملية PIM تكون معروفة بعملية صب المساحيق بالحقن أو صب المعادن بالحق (MIM). في أحد التجسيمات المفضلة، فإن المادة تتكون عن طريق صب المعادن بالحقن.

في تجسيم بديل، فإن المادة تكون معدن خزفي. من هذا المنطلق، فإن جزء من مسحوق التركيبة الوسيطة يكون من السيراميك ويفضل أن يشتمل على واحد على الاقل من السيليكون silicon، الزيركونيوم zirconium، الالومينوم aluminium، اليوتريوم yttrium،

السيريوم cerium، التيتانيوم titanium أو التنجستين tungsten. من الممكن أن يشتمل الخزف على واحد أو أكثر من الكربيدات carbides، البوريدات borides أو الاكسيدات oxides، على سبيل المثال، أكسيد السيليكون silicon oxide، أكسيد الالومنيوم aluminium oxide، أكسيد الزيركونيوم zirconium oxide، كربيد السيليكون silicon carbide، كربيد التنجستون tungsten carbide، كربيد التيتانيوم titanium carbide، أو أكسيد التيتانيوم titanium oxide.

بصورة مناسبة، فإن المسحوق يشتمل على جزيئات التي من الممكن أن تكون كروية، غير منتظمة أو خليط منهم.

مجموعة البلاتينيوم platinum المعدنية من الممكن إختيارها من مجموعة تتكون من واحد على الاقل من البلاتينيوم platinum، البالاديوم palladium، الروديوم rhodium، الرويثنيوم ruthenium، الايريديوم iridium والاوسميوم osmium. ويفضل أكثر، يتم إختيارها من مجموعة تتكون من البلاتينيوم platinum، البالاديوم palladium، الروديوم rhodium، الرويثنيوم ruthenium والايريديوم iridium ويفضل أكثر أن تتكون المجموعة من البلاتينيوم platinum والبالاديوم palladium فقط. بواسطة مجموعة بلاتين معدنية platinum group metal خاصة مفضلة تتكون من البالاديوم palladium على سبيل المثال البالاديوم palladium black مجموعة البلاتينيوم المعدنية من الممكن أن تتواجد بأي كمية مناسبة. على سبيل المثال، فإن مجموعة البلاتينيوم المعدنية من الممكن أن تتواجد في مدى يتراوح من ٠,٠١% بالوزن إلى ٥٠% بالوزن في الجسم المتلبد النهائي. على وجه الخصوص، تتواجد مجموعة البلاتينيوم المعدنية في نطاق يتراوح من ٠,٠١% بالوزن إلى ٠,٢٥% بالوزن لسبائك التيتانيوم بحسب مقاييس ASTM.

التركيبة الوسيطة من الممكن أن تكون خليط من المساحيق، مجموعة البلاتينيوم المعدنية والرابط. في هذا الصدد، فإن المسحوق، مجموعة البلاتينيوم المعدنية والرابط من الممكن يتم خلطهم بترتيب مناسب.

بديلاً لذلك، فإنه من الممكن تغليف المسحوق بمجموعة البلاتين المعدنية قبل تكوين التركيبة الوسيطة. من هذا المنطلق، فإن تغليف المسحوق بمجموع البلاتين عن طريق

طاحونة وخلاط الكرات منخفض الطاقة، الطلاء الكهربائي، الترسب الكيميائي الاختزالي أو إستخدام قوى طرد مركزي غير متماثلة مزدوجة dual asymmetric centrifugal forces. ويفضل أن يتم إستخدام قوى الطرد المركزي الغير متماثلة المزدوجة.

بإستخدام "قوى الطرد المركزي الغير متماثلة المزدوجة" فإنها تعني أن كلتا القوتين، بزاويتين مقابلين لبعضهم البعض، يتم تطبيقهم على الجزيئات. من أجل عمل خلط كافي، فإنه يكون من المفضل أن تدور قوى الطرد المركزي في إتجاه معاكس لبعضهم البعض. جهاز Speedmixer™ بواسطة Hauschild (http://www.speedmixer.co.uk/index.php) يستخدم طريقة الدوران المزدوجة هذه حيث أن محرك الـ Speedmixer™ يلف طبق قاعدة وحدة الخلط في إتجاه عقارب الساعة (إنظر الشكل ١أ) ويتم لف السلسلة في عكس إتجاه عقارب الساعة (إنظر الاشكال ١ب و ١ج).

عندما يشتمل المسحوق على جزيئات كروية، فإن الاجزاء تحافظ على شكلها أثناء عملية التغليف عالية الطاقة. إنتاج جزيئات كروية مغلفة يعد من المميزات لان تدفقهم يتحسن في هذه الحالة مما يساعد في عملية الصب. في حين أنه لا يوجد رغبة للارتباط بأي نظرية، فإنه من المعروف أن عمليات التغليف ينتج عنها تغيرات فيزيائية في الجزيئات الاولية والثانوية حيث أن الجزيئات ترتبط فيزيائياً.

من الممكن التحكم في عملية التغليف بالعديد من المقاييس تشتمل على سرعة الدوران بحيث تحدث العملية، طول وقت العملية، المستوى الذي يتم ملئ وعاء الخلط به و/ أو إستخدام وسط الطحن.

قوى الطرد المركزي الغير متماثلة المزدوجة من الممكن أن تطبق لفترة مستمرة من الوقت. مصطلح "مستمر" يعني فترة من الوقت من دون إنقطاع. ويفضل أن تكون الفترة الزمنية تتراوح ما بين ثانية واحدة إلى ١٠ دقائق. يفضل أكثر أن تتراوح من ٥ ثواني إلى ٥ دقائق ويفضل أكثر أن تتراوح من ١٠ ثواني إلى دقيقة واحدة. فترة زمنية مفضلة خاصة تكون ٢٠ ثانية.

بديلاً لذلك، فإن قوى الطرد المركزي الغير متماثلة من الممكن أن تطبق لاجمالي الفترة الزمنية مع الوقت. المصطلح "إجمالي" يعني مجموعة جميع الفترات الزمنية. ميزة

تطبيق قوى الطرد المركزي بطريقة متقطعة على خطوات هي أن التسخين الزائد للمسحوق ومجموعة البلاتين المعدنية من الممكن تحاشيه. قوى الطرد المركزي الغير متماثلة المزدوجة يفصل أن تطبق على إجمالي الوقت وتتراوح من ثانية إلى ١٠ دقائق، ويفضل أكثر ان تتراوح من ٥ ثواني إلى ٥ دقائق وأكثر تفضيلاً أن نتتراوح من ١٠ ثواني إلى دقيقة. عدد الاوقات (مثل ٢، ٣، ٤، ٥ أو أوقات أكثر) بحيث أن قوى الطرد المركزي المطبقة سوف تعتمد على طبيعة المسحوق ومجموعة البلاتين المعدنية. على سبيل المثال، عندما يشتمل المسحوق على تيتانيوم، تطبيق قوى الطرد المركزي على خطوات سوف يقلل تسخين الجزيئات وهكذا يقلل من خطورة الاكسدة و/ أو الاحتراق. في تجسيم خاص مفضل، فإن قوى الطرد المركزي المزدوجة تطبق على خطوات مع فترات من التبريد بينهم.

يفضل أن تكون سرعة قوى الطرد المركزي الغير متماثلة تتروح من ٢٠٠ لفة في الدقيقة إلى ٣٠٠٠ لفة في الدقيقة. يفضل أكثر أن تتراوح السرعة من ٣٠٠ لفة في الدقيقة إلى ٢٥٠٠ لفة في الدقيقة. وأيضاً من المفضل أن تتراوح السرعة من ٥٠٠ لفة في الدقيقة إلى ٢٠٠٠ لفة في الدقيقة.

المستوى الذي يتم ملئ وعاء الخلط به يتم تحديده من خلال العديد من العوامل التي تكون واضحة لذوي الخبرة في المجال. هذه العوامل تشتمل على الكثافة الظاهرة للمسحوق ومجموعة البلاتين المعدنية. حجم وعاء الخلط والاوزان التي توضع في الخلاط نفسه.

عندما يكون المسحوق معدني، فإن تعليقها بواسطة مجموعة البلاتين المعدنية من الممكن أن يتم بمساعدة ربط طحن وخلط. هذا الوسط يستخدم الاحتكاك والتصادم لتكسير الجزيئات الثانوية وتغليف سطح الجزيئات الاولية بكفاءة. الوسط من الممكن أن يكون صلب وغير ملوث. يفضل أن يكون وسط الخلط عبارة عن معدن خزفي، مثل ZrO_2. بالرغم من أن المعادن الخزفية الاخرى مثل Al_2O_3 أو TiO_2، يكونوا مناسبين أيضاً، ويكونوا على قدر كافي من الصلابة. لو تبقى أي أجزاء، فإن هذه الاجزاء يجب أن تكون حميدة وغير مضرة. عندما يكون المسحوق متكون من الخزف، فإن الجزيئات نفسها تعمل كوسط للطحن.

في أحد التجسيمات، فإن المسحوق يحتوي على جزيئات بمتوسط قطر يتراوح ≥ ٢٠٠٠ ميكرومتر، ويفضل أكثر ≥ ١٥٠٠ ميكرومتر وأيضاً أكثر تفضيلاً، يتراوح ≥ ١٠٠٠

ميكرومتر. في أحد التجسيمات، فإن الجزيئات يكون لها متوسط قطر يتراوح من ١ ميكرومتر إلى ٤٥ ميكرومتر عندما تشتمل على تيتانيوم titanium.

بصورة مفضلة، فإن مجموعة البلاتين المعدنية من الممكن أن تكون بلورات فردية أو قمعات من العديد من البلورات الصغيرة. هكذا، فإن الجزيئات الثانوية تطلب أن تكون كروية الشكل.

تغليف مجموعة البلاتين المعدنية على جزيئات المسحوق من الممكن أن يكون في صورة طبقة رقيقة أو في صورة جزيئات منفصلة. درجة التغطية سوف تعتمد على ليونة مجموعة البلاتين المعدنية، طول الفترة المسموحة لعملية التغليف و/ أو كمية مجموعة البلاتين المعدنية المتواجدة على سبيل المثال من الممكن إضافة البلاديوم على سبائك التيتانيوم بنسبة تتراوح من ٠,٠٥% إلى ٠,٢٥%. على سبيل المثال تتراوح ٠,٠٥% إلى ٠,٢%، والتي تكون محددة حيث أن مستويات إضافة ASTM/ASME Ti درجات ٧، ١١، ١٦، ١٧، ١٨، ٢٠، ٢٤ و ٢٥. كمية مجموعة البلاتين المعدنية من الممكن أن تؤثر على واحدة أو أكثر من الخصائص الخاصة بالسبيكة المفضلة أو المعدن الخزفي المتكون. على سبيل المثال، عندما تزيد كمية الـ Pd في سبيكة Pd/Ti، فإن مقاومة التآكل للسبيكة تتحسن بالنسبة للمحاليل التي تحتوي على كلوريد chloride (مثل الماء الملح).

بغض النظر عن الطريقة التي يتم إدخال مجموعة البلاتين المعدنية على التركيبة الوسيطة، فإن مجموعة البلاتين المعدنية يفضل أن توزع خلال التركيبة الوسيطة بصورة متجانسة على سبيل المثال، عن طريق التغليف على المسحوق قبل تكوين التركيبة الوسيطة أو عن طريق الخلط مع المسحوق والرابط أثناء تحضير التركيبة الوسيطة. التوزيع المتجانس يكون مفضل في الاجسام الخضراء والبنية والاجسام المتلبدة النهائية.

الرابط من الممكن أن يكون أي رابط متوافق مع PIM. علم إستخدام الروابط والعمليات حيث تتم إزالتها تكون موثقة ومعروفة، على سبيل المثال، بواسطة الصب بالحقن للمعادن والخزفيات "بواسطة

Randall M. German and Animesh Bose, MPIF Publishers, 1997 (ISBN No. 1-878-954-61-X),

المتواجدين هنا على سبيل المرجعية لجميع الاغراض. الجدول ٣-٤ في الصفحة ٩١ للقوائم ٢٤ المذكورة أعلاه مثال على مستحضرات الرابط، شمع البارافين paraffin أو شمع الكارنوبا carnauba. أحد الروابط المفضلة هو الرابط الذي تم إنتاجه بواسطة Egide UK.

درجة الحرارة التي يتكون عندها الجسم البني أي درجة حرارة فك الارتباط من الممكن أن تكون درجة حرارة مناسبة.

من دون الحاجة للتقيد بنظرية، فإنه من المعروف أن محتوى الكربون carbon في الاجسام المتلبدة النهائية يكون مشتق من بقايا الرابط التي تبقى داخل الاجسام البنية وتصبح محجوزة أثناء عملية التلبد. بالاضافة لذلك، فإن محتوى الاكسجين oxygen في الاجسام المتلبدة الاولية من الممكن أن ينتج من أكثر من مصدر، على سبيل المثال من طبقات الاكسيد السطحية المتواجدة على المسحوق الاصلي، من الغازات المأكسدة الموجودة أثناء عملية الـ PIM و/ أو من مواد الربط العضوية، بعض من هذه الروابط سوف يحتووا على أكسجين كأحد المكونات العنصرية. في هذا الصدد، فإنه من المعروف أن التحكم في محتوى الكربون carbon و/ أو الكسجين طبقاً للاختراع الحالي يتواصل بواسطة الازالة التحفيزية لجزء واحد على الاقل من الروابط و/ أو مكونات الرابط المتبقية الناتجة من عملية إزالة الرابط وعملية الازالة التحفيزية. كمية الرابط و/ أو مكونات الرابط المتبقي التي تزال تحفيزياً سوف تتغير مع عدد من المقاييس، التي تشتمل ولكن دون إقتصار على التركيب المبدئي للرابط، كمية وتوزيع مجموعة البلاتين، الظروف الحرارية للعملية المختارة وغاز العملية المستخدم للتأثير على إزالة الرابط.

في أحد التجسيمات، الازالة التحفيزية تكون محفزة حرارياً. على سبيل المثال، هذه الازالة التحفيزية من الممكن أن تحدث أثناء إزالة الربط حرارياً، التلبد تعطي غاز مناسب يتواجد بعلى الاقل جزء من الوقت أثناء عملية التلبد أو خليط منهم. محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen من الممكن أن يتحكم به أثناء مراحل المعالجة الحرارية عن طريق زيادة درجة الحرارة و/ أو تنظيم عملية الغاز المستخدمة.

في أحد التجسيمات، الازالة التحفيزية تحدث في جو يشتمل على الاقل على غاز متفاعل واحد. من هذا المنطلق، فإن الغاز المتفاعل يساعد في إزالة الرابط و/ أو بقايا الروابط.

في أحد التجسيمات، الازالة التحفيزية تحدث في جو مأكسد، على سبيل المثال، جو يحتوي على أكسجين، NO_2، أوزون أي O_3 أو خليط منهم. في تجسيم آخر مفضل، يحتوي الجو على أكسجين على سبيل المثال، الهواء. في هذه التجسيمات، فإن الازالة التحفيزية تكون عملية أكسدة تحفيزية.

في تجسيم آخر، فإن الازالة التحفيزية تحدث في جو مختزل، على سبيل المثال جو يشتمل على هيدروجين. في هذا التجسيم سوف يكون من السهل تحديده بواسطة ذوي الخبرة في المجال أن غاز العملية المستخدم يجب إختياره بحيث يكون متوافق مع المادة المتكونة. في هذا الصدد، فإن الهيدروجين لا يعتبر مناسب للاستخدام في العمليات مرتفعة الحرارة لعمل سبائك التيتانيوم حيث أنها من الممكن أن تنتج عن مستويات غير مفضلة من الهيدرات المتكونة. في هذا التجسيم، فإن الازالة التحفيزية تكون عملية الاختزال المحفزة.

الازالة التحفيزية المحفزة بالحرارة من الممكن أن تحدث في أحد درجات الحرارة المناسبة. بالرغم من أنه بغض النظر عن درجات الحرارة التي تحدث عندها الازالة، فإنه من المفضل أن درجة الحرارة المختارة تكون أعلى من درجة الحرارة المناسبة لبدء الازالة التحفيزية وأقل من المحددة لتسبب أخذ الشوائب بصورة واضحة في المادة المتكونة.

من الممكن إنتاج سبائك جديدة ومعادن خزفية بواسطة طريقة الاختراع الحالي. من المعروف أن القدرة على إنتاج مواد مصممة على خصائص مطلوبة مثل مقاومة التآكل والخصائص الميكانيكية من الممكن أن يحفز ويساعد إستخدام هذه المواد، وعلى وجه الخصوص، فإن إستخدام السبائك، مثل سبائك التيتانيوم titanium. أيضاً من الممكن إنتاج معدن خزفي أو سبائك ذات فئات معروفة مثل تركيبات سبائك التيتانيوم titanium alloys كما هو وارد في القائمة الدولية ASTM لمقاييس السبائك. بغض النظر عن التركيب الفعلي للمادة النهائية، فإن إكتشاف مساحيق مختلفة ومجموعات بلاتين معدنية يسهل طلاء الادوات على نطاق أوسع من السبائك والمعادن الخزفية. هذا يعد ميزة لتصنيع أدوات صغيرة

ومعقدة التي لا تصنع في المكونات الكبيرة وبالتالي من الممكن الاستفادة من إقتصاديات النطاق.

شرح مختصر للرسومات:-

يتم شرح الاختراع بواسطة الرسومات المرفقة حيث أن:

الاشكال ١أ-ج توضح كيفية تطبيق قوى الطرد المركزي على الجزيئات في Speedmixer™. الشكل ١أ يمثل منظر من أعلى يوضح سطح القاعدة والسلة. سطح القاعدة يدور في إتجاه عقارب الساعة.

شكل ١ب يمثل منظر جانبي لسطح القاعدة والسلة.

شكل ١ج يمثل منظر علوي بطول الخط أ في الشكل ١ب. تدور السلة في عكس إتجاه عقارب الساعة.

شكل ٢ يمثل صورة إلكترونات مرتدة لـ ١٠ جم مسحوق التيتانيوم titanium (< ٤٥ ميكرومول) مغلفة بـ ٠,٢% بالوزن بالاديوم palladium. قوى الطرد المركزي الغير متماثلة تطبق لمدة ٢٠ ثانية عند ١٠٠٠ لفة في الدقيقة و ٢٠ ثانية عند ٢٠٠٠ لفة في الدقيقة.

شكل ٣ يمثل صورة الكترونات مرتدة لـ ١٥٠ جم مسحوق التيتانيوم titanium (< ٤٥ ميكرمول) مغلفة بـ ٠,٢% بالوزن بالاديوم palladium. يتم تطبيقها لمدة ٣× ٢٠ ثانية عند ٢٠٠٠ لفة في الدقيقة.

شكل ٤ يمثل رسم بياني يوضح الكربون carbon المتبقي في العينات التي يتم إزالة الارتباط بها حرارياً في الهواء وتلبد عند ١٣٥٠°م.

شكل ٥ يمثل رسم بياني يوضح الاكسجين oxygen المتبقي في العينات التي يتم إزالة الارتباط بها حرارياً في الهواء وتلبد عند ١٣٥٠°م.

شكل ٦ يمثل رسم بياني يوضح الخصائص التآكلية لـ CPTi+ ٠,٢% بالوزن من سبيكة Pd من الممكن أن يكون طبقاً لطريقة الاختراع الحالي مع فئات التيتانيوم المطاوعة (الفئة ٢ (CPTi) والفئة ٧ (Pd-0.2Ti)).

الوصف التفصيلي:-

يتم توضيح الاختراع أيضاً بواسطة الامثلة الغير مقتصرة التالية:

الامثلة

مثال ١

يتم خلط مساحيق CPTi و Ti6Al4V < ٤٥ ميكرومتر، كروية من Advanced Powders & Coatings، Canada، مع مستحضر الرابط التجاري المنتج بواسطة Egide UK, Woodbridge, Suffolk. والذي يتم بإستخدام خلاط Winkworth Ltd ذو الشفرات على شكل Z لمدة ساعة للتأكد من عمل وسيط متجانس. بعد الخلط، يتم تحويل الوسيط إلى الصورة الحبيبية المستخدمة في عملية الصب بالحقن.

مثال ٢

يتم خلط المساحيق المذكورة أعلاه والروابط العضوية كما في المثال ١، مع إدخال كمية من البالاديوم palladium black (Alfa Aesar)، بحيث أن البلاديوم الاسود يتكون بنسبة تتراوح ٠,٢% بالوزن من كمية التيتانيوم أو مسحوق سبيكة التيتانيوم المتواجد في الخليط الوسيط.

المكونات المصبوبة المتكونة بإستخدام وسائط محضرة بواسطة الطريقة المذكورة في هذا المثال يشار إليها هنا بأنها تحتوي على محتوى بالاديوم مخلوط.

مثال ٣

في الخطوة السابقة لتحضير المركب الوسيط، فإن مساحيق CPTi و Ti6Al4V يتم تعليقها أولاً في البالاديوم palladium ، بإستخدام تقنية قوى الطرد المركزي الغير متماثلة المزدوجة. من أجل هذا المثال، فإن البالاديوم palladium المستخدم للتغليف يكون في صورة بالاديوم أسود.

يتم إضافة كمية من البالاديوم palladium الاسود بحيث يتكون تتاروح النسبة ٠,٢% بالوزن من التيتانيوم أو سبائكة titanium alloy المغلفين. قياس الانتشار وصور SEM تأخذ للتأكد من التوزيع المنتظم للبالاديوم على سطح مساحيق التيتانيوم (إنظر الاشكال ٢ و ٣) يتم خلط المساحيق المغلفة مع الروابط، كما هو مذكور أعلاه. المكونات المصبوبة المتكونة بإستخدام المركبات الوسيطة المحضرة بواسطة الطريقة المذكورة في هذا المثال يكون مشار إليها بأنها تحتوي على محتوى من البالاديوم palladium .

مثال ٤

المسحوق المعدني المحبب الوسطي، المحضر في الامثلة ١-٣، يتم ضغطهم إلى أجزاء خضراء مصبوبة، كل منهم يكون مركب تصميم ولكن يحتوي على حجم على ٥ سم^{٣}، بإستخدام آلة الصب بالحقن. Arburg Allrounder 270 Centex 40 Ton. ظروف الالة يتم تعديلها للتأكد من كفاءة وإكتمال ملئ القوالب والخروج النظيف للاجزاء المصبوبة.

مثال ٥

لازالة معظم الروابط قبل عملية التلبد الحراري، فإنه يتم تعريض الاجزاء الخضراء المتكونة في المثال ٤ إلى عمليات معالجة حرارية. يتم المحافظة على الاجزاء الخضراء في جو يحتوي على أكسجين في أجزاء مسخنة وجيدة التهوية (فرن Genlab – bespoke). إجمالي الدورة الحرارية تبقى لفترة أكثر من ٢٤ ساعة.

أثناء خطوة التصنيع، فإن معظم الروابط يتم إزالتها من الاجزاء الخضراء المصبوبة، مما ينتج عن مكونات هشة "غير مرتبطة" أيضاً تكون معروفة بالاجزاء البنية. في نهاية العملية الحرارية يتم فحص الاجزاء البنية لفحص محتوى الكربون carbon والاكسجين oxygen المتبقي. الاشكال ٤ و ٥ توضح الكربون carbon والاكسجين oxygen المتبقيين في العينات الغير مرتبطة في الهواء.

مثال ٦:

الأجزاء البنية الهشة المنتجة فى المثال ٥ يتم تلبيدها بإستخدام الدورة الحرارية فى فرن فراغى مرتفع الحرارة

(Centorr Vacuum Industries MIM-Vac M200 Vacuum/Controlled Atmosphere Debind and Sinter furnace, Series 3570)

أثناء فترة عملية التلبد الكلية و إستخدام الحلقة الحرارية، فإنه يكون من الممكن و أحياناً يكون من المفضل إدخال تيارات غازية الى فرن التلبد عند نقطة معينة من الدورة. على سبيل المثال، من الممكن أن يتواجد الهيدروجين hydrogen، النيتروجين nitrogen، الأرجون argon أو الأكسجين عند نفس النقطة فى عملية التلبد الحرارية الكلية. فى الحالة المعروضة

فى هذا المثال، يتم ادخال تدفق صغير من غاز الارجون، على وجه الخصوص ١- ٢٠ لتر/ دقيقة، و يكون قد تم كشط الأكسجين من قبل باستدخدام الطرق الثابتة المعروفة.

أعلى درجة حرارة تلاحظ أثناء العملية المذكورة فى هذا المثال تكون ١٣٥٠ م° لمدة ساعة، بالرغم من عملية التلبيد هذه تكون ممكنة بإستخدام مدى من درجات الحرارة والأوقات المناسبة بطريقة بحيث تتم عملية تلبد المسحوق .

بعد إكتمال عملية التلبد، يتم إختبار الأجزاء التى تظهر معدنية للتعرف على محتوى الكاربون و الأكسجين بهم (London & Scandinavian Metallurgical Laboratories, Sheffield). القيم المثالية لأجزاء التيتانيوم و سبائك التيتانيوم titanium alloys التى تنتج من العملية المذكورة فى هذه الأمثلة توضح فى الأشكال ٤ و ٥.

مثال ٧

خصائص التآكل لـ CPTi + ٠,٢% بالوزن من سبيكة البالاديوم palladium ، التى تصنع بواسطة عملية الصب بحقن المعدن فى الأمثلة ١- ٦، تتم مقارنتها مع خصائص درجات التيتانيوم المطاوعة (الدرجة ٢ (CPTi) و الدرجة ٧ (Pd-0.2Ti)) – كلاهما من Timet UK Ltd.). منحنيات الإستقطاب تقاس على السطح الأرضى الى ١٢٠٠ عزم، تغسل فى ماء غير أيونية، تشطف فى إثانول ethanol ثم تجفف. يتم الإختبار فى ١٥٠ ملل من ٢ مولار HCl عند ٣٧ م° مباشرة بعد تنظيف السطح.

منحنيات الإستقطاب، الموضحة فى الشكل ٦، تقاس بعد ٣٠ دقيقة من الغمس عند دائرة الجهد المفتوحة. الفحوصات تتم من -٢٠٠ ملى فولت الى +٧٠٠ ملى فولت، بالنسبة لدائرة الجهد المفتوحة، عند ١ ملى فولت / ثانية. تتم الإختبارات باستخدام قطب كالوميل مشبع calomel electrode (SCE) بحيث القطب المرجعى و سلك Pt كقطب عكسى.

عناصر الحماية

١ ١- طريقة method للتحكم فى محتوى الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen فى مادة
٢ تشتمل على الخطوات التالية :
٣ أ) تكوين تركيبة وسيطة تشتمل مسحوق واحد على الاقل، على الاقل مجموعة
٤ معدن بلاتينيوم platinum واحد على الاقل رابط واحد،
٥ ب) تكوين المادة عن طريق صب المسحوق بالحقن powder injection molding،
٦ حيث يتم إزالة جزء على الاقل من الكربون carbon و/ أو الاكسجين oxygen بواسطة
٧ مجموعة معدن بلاتين واحد على الاقل.

١
١ ٢- طريقة method طبقا للعنصر ١، حيث أن التركيبة الوسيطة feedstock composition
٢ هى خليط من المسحوق، مجموعة البلاتين المعدنية platinum group metal و الرابط.

١
١ ٣- طريقة method طبقا للعنصر ١، حيث أن مجموعة البلاتين المعدنية platinum group
٢ metal تكون مغلفة على المسحوق.

١
١ ٤- طريقة method طبقا للعنصر ٣، حيث أن مجموعة البلاتين المعدنية platinum group
٢ metal تكون مغلفة على المسحوق بواسطة الطحن و التقليب بمطحنة الكرات منخفضة
٣ الطاقة low energy ball milling ، الطلاء الكهربى electroless plating ، الترسب
٤ الكيميائى الإختزالى reductive chemical deposition أو باستخدام قوى الطرد المركزى
٥ الغير متماثلة المزدوجة dual asymmetric centrifugal forces.

٥- طريقة method طبقا للعنصر ٣ أو ٤، حيث أن مجموعة البلاتين المعدنية platinum group metal تكون مغلفة على المسحوق بواسطة قوى الطرد المركزى الغير متماثلة المزدوجة dual asymmetric centrifugal forces.

٦- طريقة method طبقا لأى من العناصر من ٣ إلى ٥، حيث أن التغليف يكون فى صورة طبقة رقيقة أو فى صورة جزيئات غير مترابطة.

٧- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث يشتمل المسحوق على الأقل على التيتانيوم titanium ، الموليبدينوم molybdenum ، التنجستين tungsten ، النيكل nickel أو الحديد iron.

٨- طريقة method طبقا لأى من العناصر من ١ إلى ٦، حيث يشتمل المسحوق على الأقل على السيليكون silicon ، الزيركونيوم zirconium ، الألومنيوم aluminium ، اليوتريوم yttrium ، السيريوم cerium ، التيتانيوم titanium أو التنجستين tungsten.

٩- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث أن المسحوق يشتمل على جزيئات تكون فى شكل كروى ، غير منتظمة أو خليط منهم.

١٠- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث يتم إختيار مجموعة البلاتين المعدنية platinum group metal من مجموعة تتكون من على الأقل البلاتين platinum ، البالاديوم palladium ، الروديوم rhodium ، الروثينيوم ruthenium ، الإيريديوم iridium و الأوسميوم osmium.

١١- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث يتم إختيار مجموعة البلاتين المعدنية platinum group metal من مجموعة تتكون من على الأقل البلاتين platinum و البالاديوم palladium.

١٢- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث أن المادة تكون سبيكة alloy أو معدن خزفى سيرميت cermet.

١٣- طريقة method طبقا للعنصر ١٢، حيث تشتمل السبيكة alloy على التيتانيوم titanium

١٤- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث أن الازالة التحفيزية catalytic removal تكون محفزة حرارياً.

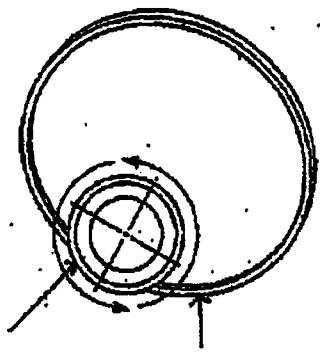
١٥- طريقة method طبقا للعنصر ١٤، حيث أن الازالة التحفيزية catalytic removal المحفزة حرارياً تحدث أثناء عملية إزالة الربط الحرارى، التلبد sintering أو خليط منهم.

١٦- طريقة method طبقا للعنصر ١٥، حيث أن محتوى الكاربون و/ أو الأكسجين يتم التحكم به عن طريق تنظيم غازات العملية.

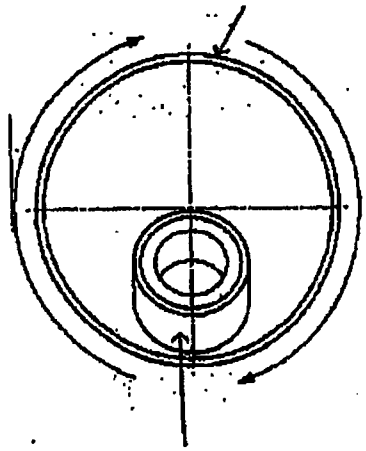
١٧- طريقة method طبقا لأى من العناصر السابقة، حيث أن الازالة التحفيزية catalytic removal المحفزة حرارياً تحدث فى جو مأكسد أو مختزل.

١٨- طريقة method طبقا للعنصر ١٧، حيث أن الجو المأكسد يشتمل على أكسجين، NO_2، أوزون ozone أو خليط منهم.

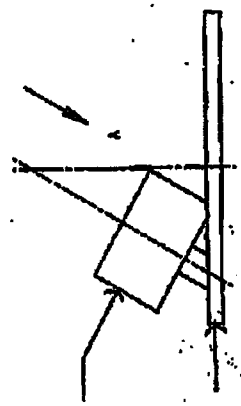
١ ١٩- طريقة method طبقا للعنصر ١٧، حيث أن الجو المختزل يشتمل على هيدروجين
٢ hydrogen.



شكل ١ج

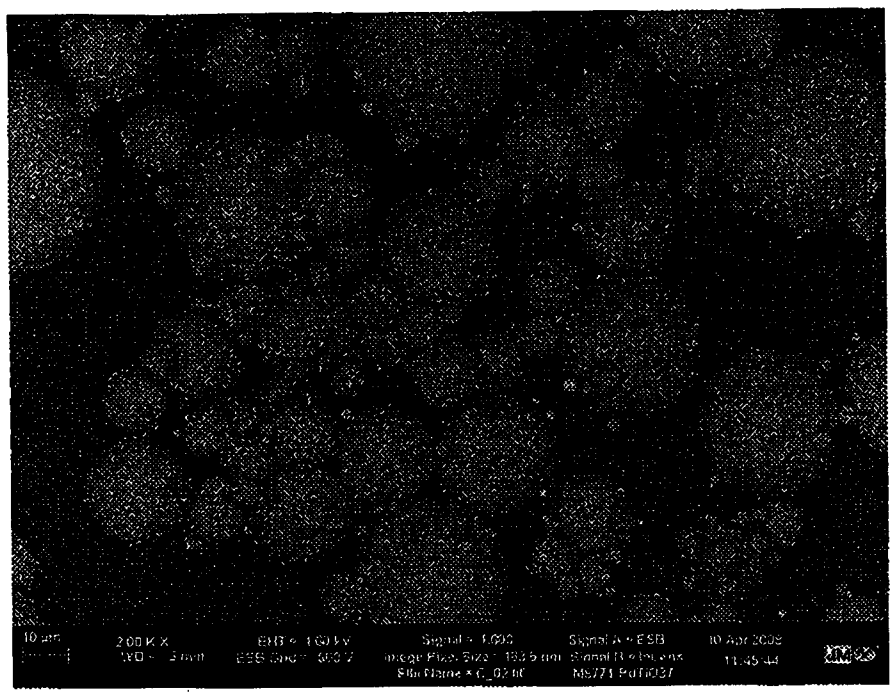


شكل ١ج

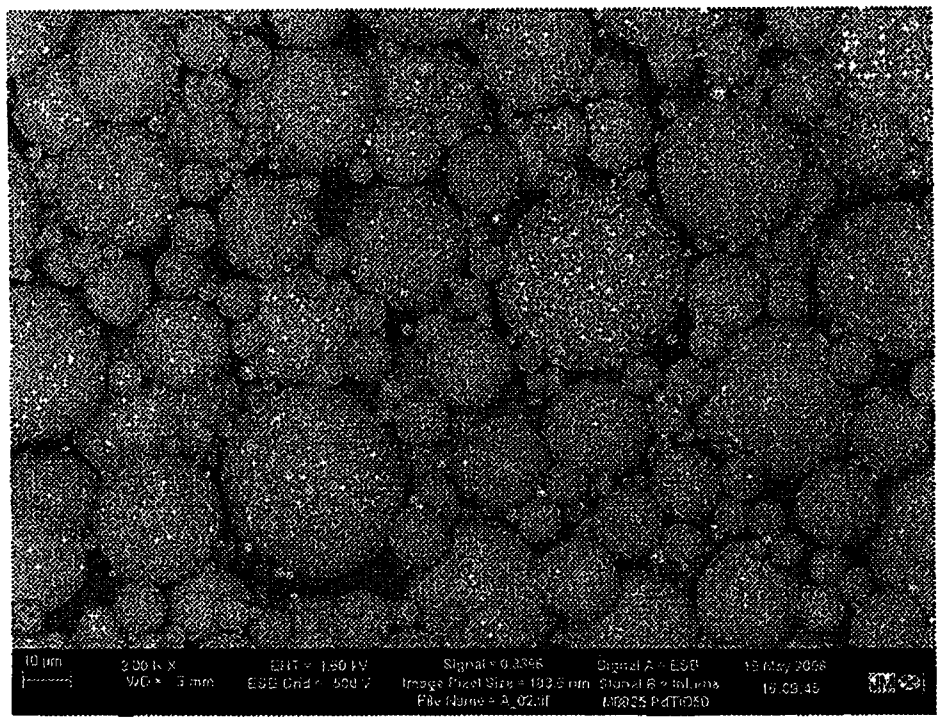


شكل ١ب

شكل ١

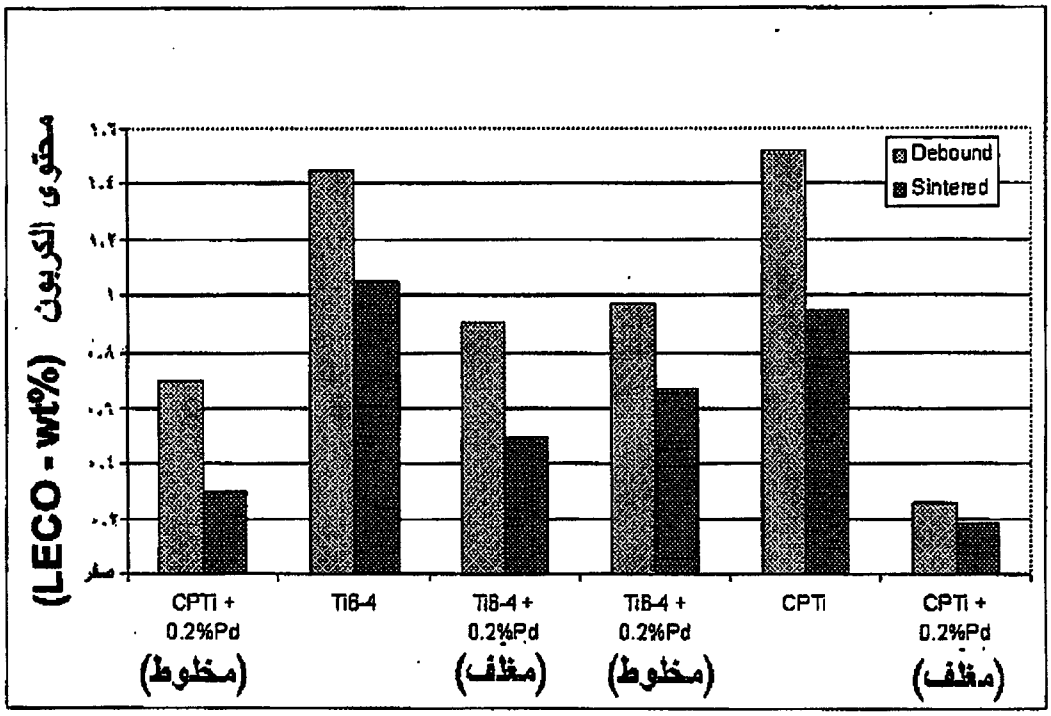


شکل ۲



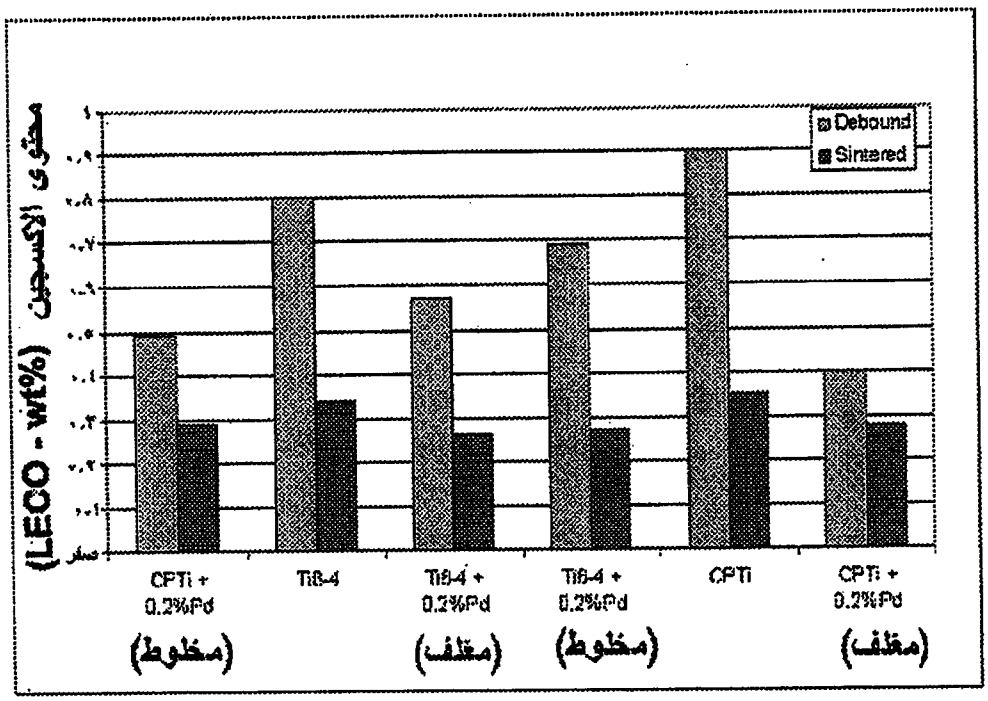
شکل ۳

بقايا الكربون المتبقية في العينات المزال من الرابط حرارياً في الهواء والملبدة عند ١٣٥٠مْ



شكل ٤

بقايا الاكسجين المتبقية في العينات المزال من الرابط حرارياً في الهواء والملبدة عند ١٣٥٠°م



شكل ٥

شكل ٦