



دانشگاه تبریز

دانشکده فنی و مهندسی

گروه مهندسی مواد

پایان نامه

جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد - سرامیک

عنوان

## بررسی تاثیر الیاف کربنی بر خواص کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC

استاد راهنما

دکتر مهدی قاسمی کاکرودی

استاد مشاور

دکتر محمد رضوانی

پژوهشگر

فاطمه گل محمدی

شهریور ۹۳

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِيْمِ

نام خانوادگی دانشجو: گل محمدی	نام: فاطمه
عنوان پایان نامه: بررسی تاثیر الیاف کربنی بر خواص کامپوزیت ZrB <sub>2</sub> -SiC	
استادان راهنمای: دکتر مهدی قاسمی کاکرودی	استاد مشاور: دکتر محمد رضوانی
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: مهندسی مواد - سرامیک
دانشگاه: تبریز	تاریخ فارغ التحصیلی: ۱۰۶
کلید واژه‌ها: کامپوزیت، دیبورید زیرکونیم، کاربید سیلیسیم، الیاف کربن، تاگوچی، ویژگی‌های مکانیکی	چکیده:
<p>کامپوزیت‌های ZrB<sub>2</sub>-SiC با ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد حجمی الیاف کربن در دماهای ۱۷۰۰، ۱۷۷۵ و ۱۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه تحت فشار ۸، ۱۲ و ۱۶ مگاپاسکال با روش تاگوچی پرس گرم شدند. کامپوزیت‌های پرس گرم شده دارای ریزساختار همگن بوده و الیاف کربن به طور یکنواخت در زمینه پخش شده‌اند. با استفاده از روش تاگوچی تاثیر دما، زمان نگهداری و فشار پرس گرم و نیز درصد حجمی الیاف کربن بر چگالی و ویژگی‌های مکانیکی بررسی شد. کامپوزیت دارای ۱۰ درصد حجمی الیاف کربن که در دمای ۱۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه با فشار ۱۶ مگاپاسکال پرس گرم شد، بیشینه چگالی نسبی (۱۰۰ درصد)، بیشینه سختی (۱۳/۱ گیگاپاسکال) و بیشینه چقرمگی شکست (۶/۲ مگاپاسکال جذر متر) را نشان داد. درصد تخلخل باز نمونه‌های پرس گرم شده در دمای ۱۷۰۰ درجه سانتی‌گراد بیشتر از درصد تخلخل بسته است و در نمونه‌های پرس گرم شده در دمای ۱۷۷۵ و ۱۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، کل تخلخل‌ها از نوع بسته است. سختی کامپوزیت با افزایش چگالی افزایش یافته و با افزایش فاز ثانویه ضعیف (الیاف کربن) کاهش می‌یابد. سازوکارهای افزایش دهنده چقرمگی شکست در این کامپوزیت‌ها انحراف و انشعاب ترک تشخیص داده شد.</p>	

پاس خدای را که سخنواران، درستودن او بمانند و شمارندگان، شردن نعمت‌های اونداند و کوشندگان، حق

اور اکزاردن می‌توانند. وسلام و دور دبر محمد و خاندان پاک او

اگر سایسه تقدیم باشد

تقدیم به

مقدس ترین واژه‌ها در لغت نامه دلم، مادر مهربانم که زندگیم را می‌بینم مهربانی عطوفت اومی دانم.

پدرم، مهربانی مشفقت، بردا روحامي.

همسرم که نشانه لطف الهی در زندگی من است.

برادران و خواهرانم همراهان همیشگی و پشتونهای زندگیم ...

## مشکر و قدردانی

بی شک به انجام رسیدن پایان نامه حاضر بدون مساعدت و به کاری استاید ارجمند و دوستان عزیزم امکان پذیر نبوده است. لذا و نلخیف خودمی دانم که مراتب پاس و قدردانی خود را به تامی این عزیزان ابراز نمایم.

از استاد راهنمای بزرگوارم چناب آقای دکتر محمدی قاسمی کارودی به پاس زحمات دلوغازه ایشان در طول این دوره و حیات هادر راهنمایی های ارزشمند شان در مراحل انجام این پروژه کمال مشکر و قدردانی را دارم.

از استاد مشاور ارجمند چناب آقای دکتر محمد رضوانی به پاس نکته تسبیح و پیشنهادات ارزشمند شان بی نهایت سپاسگزارم.

در نهایت از زحمات تامی دوستان عزیزو کرامیم چناب آقای دکتر محمدی شاهدی، ناصر پور محمدی، مران جابری و زهره احمدی برای بد همراهی و محبت های بی دیشان که هر کدام به نحوی مراد انجام این پروژه یاری نموده اند از صمیم قلب مشکر می کنم.

## فهرست مطالب

### صفحه

### مطالب

#### فصل اول: مروری بر منابع

۲	..... مقدمه
۳	۱- سرامیک‌های بسیار دما بالا.....
۳	۲- دیبورید زیرکونیم (فاز زمینه).....
۴	۳- کاربید سیلیسیم (فاز تقویت‌کننده).....
۵	۴- کامپوزیت‌های ZrB <sub>2</sub> -SiC.....
۱۱	۵- کامپوزیت‌های ZrB <sub>2</sub> -SiC-C.....
۱۱	۱-۵- کامپوزیت‌های دارای پلی کربوسیلان.....
۱۹	۱-۵- کامپوزیت‌های دارای نانولوله کربنی .....
۲۱	۳-۵- کامپوزیت‌های دارای الیاف کوتاه کربنی .....
۲۹	۴-۵- کامپوزیت‌های دارای گرافیت ورقه‌ای .....
۳۱	۱-۵- کامپوزیت‌های دارای کربن سیاه (دوده).....

#### فصل دوم: مواد اولیه و روش پژوهش

۴۴	۱- طراحی آزمایش .....
۴۴	۱-۱- روش تاگوچی .....
۴۷	۲- مواد اولیه .....
۴۸	۳- فرآیند آماده‌سازی .....
۵۰	۴- تجهیزات .....
۵۰	۱-۴- کوره پرس گرم تحت خلاء .....

۵۱	۲-۴-۲ مشخصات قالب
۵۲	۵-۲ روند انجام فرآیند پرس گرم
۵۳	۶-۲ روش‌های شناسایی، آنالیز و ارزیابی ویژگی‌ها
۵۳	۶-۱ آنالیز فازی مواد اولیه
۵۳	۶-۲ بررسی ویژگی‌های فیزیکی (چگالی و تخلخل)
۵۴	۶-۳ پرداخت سطح نمونه‌ها
۵۴	۶-۴ بررسی ویژگی‌های مکانیکی
۵۶	۶-۵ بررسی‌های ریزساختاری

### فصل سوم: یافته‌ها و بحث

۵۹	۳-۱ بررسی ریزساختاری مخلوط پودر مواد اولیه
۶۳	۳-۲ چگالی و تخلخل
۷۸	۳-۳ بررسی‌های ریزساختاری نمونه‌های تفجوشی شده
۸۲	۴-۳ سختی
۸۸	۵-۳ چقرمگی شکست
۹۴	۳-۱ بررسی سازوکارهای افزایش دهنده چقرمگی
۹۵	۱-۱-۵-۳ انحراف ترک
۹۷	۱-۲-۱-۵-۳ انشعاب ترک
۹۹	۶-۳ خلاصه نتایج
۱۰۰	۷-۳ پیشنهاد برای کارهای آینده

مراجع

## فهرست جداول

صفحه

جدول

### فصل اول: مروری بر منابع

جدول ۱-۱ برشی از ویژگی‌های فیزیکی ZrB<sub>2</sub> [۱۰]. ۴

جدول ۲-۱ ویژگی‌های مکانیکی (الف) ZrB<sub>2</sub> با ۲۰ درصد حجمی SiC و (ب) ZrB<sub>2</sub> با ۲۰ درصد حجمی SiC و ۲۷ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۳۹ و ۴۰]. ۲۷

جدول ۳-۱ ویژگی‌های مکانیکی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقای [۴۸]. ۳۸

جدول ۴-۱ ویژگی‌های مکانیکی و چگالی نسبی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقای با قطرهای گوناگون [۵۲]. ۴۱

### فصل دوم: مواد اولیه و روش پژوهش

جدول ۱-۲ متغیرها و سطح‌های آزمایش بر پایه آرایه اورتوگونال L9. ۴۶

جدول ۲-۲ شیوه نامگذاری نمونه‌ها و شرایط فرآیند پرس گرم در آزمایش‌های طراحی شده به روش تاگوچی. ۴۷

جدول ۳-۲ ترکیب پودر مواد اولیه برای نمونه‌های گوناگون بر حسب درصد حجمی. ۴۹

جدول ۴-۲ ترکیب پودر مواد اولیه برای نمونه‌های گوناگون بر حسب درصد وزنی. ۴۹

جدول ۵-۲ مشخصات کوره پرس گرم تحت خلاء. ۵۰

### فصل سوم: یافته‌ها و بحث

جدول ۱-۳ چگالی نسبی نمونه‌ها و نسبت‌های S/N محاسبه شده برای شرایط گوناگون فرآیندی. ۶۴

جدول ۲-۳ تاثیر هر یک از متغیرهای فرآیند پرس گرم بر چگالی نسبی کامپوزیت‌ها. ۶۶

جدول ۳-۳ شرایط بهینه برای افزایش چگالی نسبی کامپوزیت. ۶۸

جدول ۴-۳ سختی نمونه‌ها و نسبت‌های S/N محاسبه شده برای شرایط گوناگون فرآیندی. ۸۳

جدول ۵-۳ تاثیر هر یک از متغیرهای فرآیند پرس گرم بر سختی کامپوزیت‌ها. ۸۴

جدول ۶-۳ شرایط بهینه آزمایش برای افزایش سختی کامپوزیت. ۸۶

جدول ۷-۳ مقادیر میانگین سختی، درصد حجمی الیاف کربن و درصد چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده در دمای ۱۷۰۰ درجه سانتی‌گراد. ۸۷

جدول ۸-۳ مقادیر میانگین سختی، درصد حجمی الیاف کربن و درصد چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده در ۸۸ ..... دمای ۱۷۷۵ درجه سانتی‌گراد.
جدول ۹-۳ مقادیر میانگین سختی، درصد حجمی الیاف کربن و درصد چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده در ۸۸ ..... دمای ۱۸۵۰ درجه سانتی‌گراد.
جدول ۱۰-۳ چقزمگی شکست نمونه‌های پرس گرم شده ..... ۸۹

## فهرست شکل‌ها

صفحه

شکل

### فصل اول: مروری بر منابع

شکل ۱-۱ چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده در دماهای ۱۶۵۰ و ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در صدھای حجمی گوناگون SiC [۱۹] ۶.....

شکل ۲-۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۳۰ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دماهای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد [۱۹]. ۶.....

شکل ۳-۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت‌های پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد (الف) ۱۵ درصد حجمی SiC، (ب) ۲۰ درصد حجمی SiC، (پ) ۲۵ درصد حجمی SiC و (ت) ۳۰ درصد حجمی SiC (رنگ روشن ZrB<sub>2</sub> و رنگ تیره SiC است) [۱۹]. ۷.....

شکل ۴-۱ نمودار سختی ویکرز (HV5) نمونه‌های پرس گرم شده در دماهای ۱۶۵۰ و ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد بر حسب درصد حجمی SiC [۱۹] ۸.....

شکل ۵-۱ نمودار چقمرمگی نمونه‌های پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد بر حسب درصد حجمی SiC [۱۹] ۹.....

شکل ۶ سازوکارهای افزایش دهنده چقمرمگی (الف) انحراف ترک در کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۱۵ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، (ب) انشعاب ترک در کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۳۰ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، (پ) پل زدن ترک در کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۳۰ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد و (ت) پیدایش ریز ترک در کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۳۰ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دماهای ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد [۱۹]. ۱۰.....

شکل ۷-۱ الگوی پراش پرتوى ایکس تجزیه پلیکربوسیلان در دماهای گوناگون [۲۷]. ۱۲.....

شکل ۸-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) پودر خام ZrB<sub>2</sub>، (ب) سطح مقطع شکست ZrB<sub>2</sub> خالص، (پ) سطح مقطع شکست نمونه دارای ۱۶ درصد حجمی SiC و (ت) سطح پرداخت شده نمونه دارای ۱۶ درصد حجمی SiC [۲۷]. ۱۳.....

شکل ۹-۱ طرحواره تفجوشی در (الف) نمونه ZrB<sub>2</sub> خالص و (ب) نمونه دارای پلیکربوسیلان [۲۷]. ۱۴.....

شکل ۱۰-۱ استحکام خمشی و چگالی نسبی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ویسکر SiC و پلیکربوسیلان [۳۳]. ۱۶.....

شکل ۱۱-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ویسکر SiC و پلیکربوسیلان (الف) بدون پلیکربوسیلان، (ب) ۱۴/۳ درصد وزنی پلیکربوسیلان و (پ) ۹/۱ درصد وزنی پلیکربوسیلان [۳۳]. ۱۷.....

شکل ۱۲-۱ چقمرمگی شکست کامپوزیت‌های ZrB<sub>2</sub> دارای ویسکر SiC و پلیکربوسیلان بر حسب مقدار ویسکر SiC [۳۶]. ۱۸.....

- شکل ۱۳-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیر ترکهای ناشی از فرو رونده (الف) ZrB<sub>2</sub> دارای ویسکر SiC و (ب) کامپوزیت‌های ZrB<sub>2</sub> دارای ویسکر SiC و پلی‌کربوسیلان [۳۳].
- شکل ۱۴-۱ مسیر انتشار ترک (الف) ZrB<sub>2</sub> دارای ZrB<sub>2</sub> و (ب) ZrB<sub>2</sub> دارای SiC درصد حجمی ۲۰ و (ب) ZrB<sub>2</sub> دارای SiC درصد وزنی نانولوله کربنی [۳۶].
- شکل ۱۵-۱ ریزساختار پراکندگی الیاف کوتاه کربنی پراکنده شده در مخلوط پودر ZrB<sub>2</sub> و SiC [۳۸].
- شکل ۱۶-۱ ریزساختار سطح پرداخت شده ZrB<sub>2</sub> دارای ZrB<sub>2</sub> و ۲۰ درصد حجمی SiC و ۲۰ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۳۸].
- شکل ۱۷-۱ الگوی پراش پرتوی ایکس ZrB<sub>2</sub> دارای SiC و ۲۰ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۳۸].
- شکل ۱۸-۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از الیاف کربن خالص [۳۸].
- شکل ۱۹-۱ ریزساختار الیاف کربن در سطح مقطع شکست ZrB<sub>2</sub> دارای ZrB<sub>2</sub> و ۲۰ درصد حجمی SiC و ۲۰ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۳۸].
- شکل ۲۰-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده (الف) ZrB<sub>2</sub> دارای ZrB<sub>2</sub> و (ب) ZrB<sub>2</sub> دارای SiC و ۲۰ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۴۰].
- شکل ۲۱-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع شکست (الف) ZrB<sub>2</sub> دارای ZrB<sub>2</sub> و (ب) ZrB<sub>2</sub> دارای SiC و ۲۰ درصد حجمی الیاف کوتاه کربنی [۳۹ و ۴۰].
- شکل ۲۲-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیرهای انتشار ترک از گوششهای فرو رونده در سطح مقطع شکست که سازوکار پل زدن الیاف را نشان میدهد [۴۰].
- شکل ۲۳-۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از سطح مقطع الیاف کوتاه کربنی در کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای الیاف کوتاه کربنی و سطح گرافیتی شده [۳۹ و ۴۰].
- شکل ۲۴-۱ چگالی نسبی و اندازه دانه کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقه‌ای [۵۰].
- شکل ۲۵-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) سطح پرداخت شده و (ب) سطح مقطع شکست کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقه‌ای [۴۸].
- شکل ۲۶-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع شکست کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقه‌ای (الف)، (ب)، (پ)، (ت)، (۲۰ و ۱۵)، (۲۰ و ۱۰)، (۱۵ و ۱۰) درصد حجمی گرافیت ورقه‌ای [۵۰].
- شکل ۲۷-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده (الف) نمونه عمودی و (ب) نمونه موازی با راستای عمود بر راستای پرس گرم [۵۱].
- شکل ۲۸-۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع شکست کامپوزیت ZrB<sub>2</sub>-SiC دارای گرافیت ورقه‌ای به قطر (الف)، (ب)، (پ)، (۲۰ و ۱۰) میکرومتر [۵۲].

شکل ۱-۲۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت دارای کربن سیاه (الف) سطح پرداخت شده (ب) سطح مقطع شکست. ریزترک‌ها و پوسته پوسته شدن دانه‌ها با پیکان مشخص شده است [۵۶]. ۳۷.....

شکل ۱-۳۰ ریزساختار مسیر انتشار ترک سطح پرداخت شده کامپوزیت  $ZrB_2-SiC$  با گرافیت ورقه‌ای [۴۸]..... ۳۸.....

شکل ۱-۳۱ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع شکست کامپوزیت  $ZrB_2-SiC$  دارای ۱۵ درصد حجمی گرافیت ورقه‌ای که خطوط کرنشی در پیرامون گرافیت ورقه‌ای را نشان می‌دهد [۵۰]. ۴۰.....

شکل ۱-۳۲ مسیر انتشار ترک (الف) نمونه با جهت‌گیری گرافیت ورقه‌ای عمود بر راستای پرس گرم و (ب) نمونه با جهت‌گیری گرافیت ورقه‌ای موازی راستای پرس گرم [۵۱]. ۴۱.....

شکل ۱-۳۳ ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیر انتشار ترک در سطح پرداخت شده نمونه  $ZrB_2$  با درصد حجمی  $SiC$  و ۵ درصد حجمی کربن سیاه [۵۶]. ۴۲.....

## فصل دوم: مواد اولیه و روش پژوهش

شکل ۲-۱ (الف) تصویر پودر  $ZrB_2$ , (ب) تصویر الیاف کربن که در طول ۱ میلی‌متر برش خورده اند. ۴۸.....

شکل ۲-۲ تصویر کوره پرس گرم تحت خلاء. ۵۰.....

شکل ۲-۳ طرح‌واره قالب گرافیتی مورد استفاده برای فرآیند پرس گرم. ۵۱.....

شکل ۲-۴ چرخه گرمایش و سرمایش نمونه‌ها در فرآیند پرس گرم برای آزمایش‌های طراحی شده به روش تاگچی (شماره هر یک از آزمایش‌ها بر اساس جدول ۲-۲ در نمودار نوشته شده است)..... ۵۲.....

شکل ۲-۵ تصویر دستگاه سختی‌سنج. ۵۵.....

شکل ۲-۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی. ۵۷.....

## فصل سوم: یافته‌ها و بحث

شکل ۳-۱ الگوی پراش پرتوی ایکس پودر  $ZrB_2$ . ۵۹.....

شکل ۳-۲ (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر  $ZrB_2$  و (ب) آنالیز طیفسنجی پراش انرژی این پودر. ۶۰.....

شکل ۳-۳ الگوی پراش پرتوی ایکس پودر  $SiC$ . ۶۰.....

شکل ۳-۴ (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر  $SiC$  و (ب) آنالیز طیفسنجی پراش انرژی این پودر. ۶۱.....

شکل ۳-۵ الگوی پراش پرتوی ایکس پودر BN. ۶۱.....

شکل ۳-۶ (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر BN و (ب) آنالیز طیفسنجی پراش انرژی این پودر. ۶۲.....

شکل ۳-۷ تصویر مخلوط پودر دارای  $ZrB_2$ , ۲۰ درصد حجمی  $SiC$  و ۱۰ درصد حجمی الیاف کربن. ۶۲.....

شکل ۸-۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مخلوط پودر ZrB <sub>2</sub> درصد حجمی ۲۰ و SiC ۱۰ درصد حجمی الیاف کربن، الف) نشان دهنده طول الیاف کربن و ب) نشان دهنده قطر الیاف کربن.....	۶۳.....
شکل ۹-۳ نمودار درصد چگالی نسبی نمونه های پرس گرم شده.....	۶۴.....
شکل ۱۰-۳ نمودار میانگین نسبت های S/N محاسبه شده برای متغیرهای فرآیند پرس گرم در سه سطح گوناگون.....	۶۷.....
شکل ۱۱-۳ نمودار میزان تاثیر هر یک از متغیرهای فرآیند پرس گرم بر چگالی نسبی کامپوزیت ها.....	۶۷.....
شکل ۱۲-۳ نمودار اثر متغیرهای گوناگون بر چگالی نسبی.....	۶۸.....
شکل ۱۳-۳ نمودار میزان تخلخل های باز، بسته و کل در نمونه های پرس گرم شده.....	۶۹.....
شکل ۱۴-۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مقطع شکست الف) نمونه ۵-۰۸-۰۳-۰۰-۱۷۰۰، ب) نمونه ۱۰-۱۲-۰۱-۰۰-۱۷۰۰ و پ) نمونه ۱۵-۰۹-۰۰-۱۶-۰۱-۰۰-۱۷۰۰.....	۷۱.....
شکل ۱۵-۳ دیاگرام فازی زیرکونیم-کربن [۶۴].....	۷۲.....
شکل ۱۶-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از الیاف کربن خام.....	۷۳.....
شکل ۱۷-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مورفولوژی الیاف کربن در سطح پرداخت شده نمونه ۱۵-۰۹-۱۶-۰۱-۰۰-۱۷۰۰.....	۷۳.....
شکل ۱۸-۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مقطع شکست الف) نمونه ۵-۰۵-۱۲-۰۱-۰۰-۱۷۷۵، ب) نمونه ۵-۰۵-۱۶-۰۰-۰۸-۰۰-۱۷۷۵ و پ) نمونه ۱۰-۰۰-۰۸-۰۰-۱۷۷۵.....	۷۵.....
شکل ۱۹-۳ الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح پرداخت شده نمونه ۱۰-۰۵-۳۰-۰۰-۱۸۵۰ و ب) آنالیز طیف سنجی پراش انرژی این نمونه.....	۷۶.....
شکل ۲۰-۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مقطع شکست الف) نمونه ۱۰-۰۵-۳۰-۰۰-۱۸۵۰، ب) نمونه ۱۵-۰۸-۰۰-۰۵-۰۰-۱۸۵۰ و پ) نمونه ۱۲-۰۵-۰۰-۰۵-۰۰-۱۸۵۰.....	۷۷.....
شکل ۲۱-۳ الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح پرداخت شده نمونه ۰۵-۰۰-۱۲-۰۵-۰۰-۱۸۵۰ و ب) آنالیز طیف سنجی پراش انرژی این نمونه.....	۷۸.....
شکل ۲۲-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار سطح پرداخت شده نمونه ۱۵-۰۰-۱۶-۰۰-۰۰-۱۷۰۰.....	۷۹.....
شکل ۲۳-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح پرداخت شده نمونه ۰۵-۰۰-۰۸-۰۰-۰۰-۱۷۰۰.....	۷۹.....
شکل ۲۴-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح پرداخت شده نمونه ۱۵-۰۰-۱۲-۰۵-۰۰-۱۷۷۵.....	۸۰.....
شکل ۲۵-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح پرداخت شده نمونه ۱۰-۰۰-۱۶-۰۵-۰۰-۱۸۵۰.....	۸۰.....
شکل ۲۶-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی اثر ایجاد شده با فرورونده ویکرز برای اندازه گیری سختی با اعمال نیروی ۵ کیلوگرم بر سطح پرداخت شده نمونه ۰۵-۰۰-۱۲-۰۵-۰۰-۱۸۵۰.....	۸۲.....
شکل ۲۷-۳ نمودار میانگین سختی ویکرز نمونه های پرس گرم شده.....	۸۳.....

- شکل ۳-۲۸ نمودار میانگین نسبت‌های S/N محاسبه شده برای متغیرهای فرآیند پرس گرم در سه سطح گوناگون. ۸۵
- شکل ۳-۲۹ نمودار میزان تاثیر هر یک از متغیرهای فرآیند پرس گرم بر سختی کامپوزیت‌ها. ۸۵
- شکل ۳-۳۰ نمودار اثر متغیرهای گوناگون بر سختی. ۸۶
- شکل ۳-۳۱ تصویر میکروسکوپ نوری از اثر فرورونده ویکرز ایجاد شده در اثر اعمال نیروی ۵ کیلوگرم بر سطح پرداخت شده نمونه ۱۰-۱۶-۳۰-۱۸۵۰. ۹۰
- شکل ۳-۳۲ نمودار چقرمگی شکست نمونه‌های پرس گرم شده. ۹۰
- شکل ۳-۳۳ تصاویر میکروسکوپ نوری از اثر فرورونده ویکرز ایجاد شده در اثر اعمال نیروی ۵ کیلوگرم بر سطح پرداخت شده نمونه (الف) ۱۷۰۰-۳۰-۰۸-۰۵، (ب) ۱۷۰۰-۶۰-۱۲-۱۵، (پ) ۱۷۰۰-۹۰-۱۶-۱۵ و (ت) ۱۷۰۰-۹۰-۱۶-۱۵. ۹۱
- شکل ۳-۳۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از اثر فرورونده ویکرز ایجاد شده در اثر اعمال نیروی ۵ کیلوگرم بر سطح پرداخت شده نمونه (الف) ۱۷۰۰-۳۰-۰۸-۰۵، (ب) ۱۷۰۰-۶۰-۱۲-۱۰، (پ) ۱۷۰۰-۹۰-۱۶-۱۵ و (ت) ۱۷۰۰-۹۰-۱۶-۱۵. ۹۲
- شکل ۳-۳۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ترک ایجاد شده ناشی از اثر فرورونده ویکرز ایجاد شده در اثر اعمال نیروی ۵ کیلوگرم بر سطح پرداخت شده نمونه ۱۰-۱۶-۳۰-۰۸-۰۵. ۹۴
- شکل ۳-۳۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، سازوکار انحراف ترک برای نمونه ۱۰-۱۶-۳۰-۰۸-۰۵. ۹۵
- شکل ۳-۳۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، سازوکار انحراف ترک برای نمونه ۱۵-۰۸-۰۸-۰۵. ۹۶
- شکل ۳-۳۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، سازوکار انشعاب ترک برای نمونه ۱۰-۱۶-۳۰-۰۸-۰۵. ۹۸

فصل اول

مروجی بر منابع

## مقدمه

امروزه مواد سازه‌ای با کاربردهای دما بالا در محیط‌های اکسیدی به کاربید سیلیسیم<sup>۱</sup>، نیترید سیلیسیم<sup>۲</sup>، سرامیک‌های اکسیدی و کامپوزیت‌های آنها محدود می‌شود. سرامیک‌های پایه سیلیسیم تا دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد با تشکیل لایه محافظ سطحی اکسید سیلیسیم<sup>۳</sup>، مقاومت به اکسایش خوبی پیدا می‌کنند ولی در دماهای بالاتر، این لایه محافظ رفته نرم می‌شود [۱ و ۲]. بنابراین کاربرد سرامیک‌های پایه سیلیسیم به دماهای زیر ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد (با پایداری در اتمسفر اکسیدی) محدود می‌شود. افرون بر این، اکسیدهای به نسبت دیرگذاری وجود دارند که در محیط‌های اکسیدی و در دماهای بالای ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز پایدار هستند. در میان این اکسیدها، زیرکونیا<sup>۴</sup> و هافنیا<sup>۵</sup> دمای ذوب بالایی (به ترتیب ۲۷۰۰ و ۲۸۰۰ درجه سانتی‌گراد) دارند [۱ و ۳]. این اکسیدها گرچه از نظر شیمیایی خنثی هستند ولی به شوک گرمایی حساسند، سرعت خرزش بالایی دارند و دگرگونی‌های فازی در دمای بالا در آنها رخ می‌دهد [۱، ۳ و ۴]. بنابراین توسعه مواد سازه‌ای برای استفاده در محیط‌های اکسیدی در دماهای بالاتر از ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد از اهمیت مهندسی ویژه‌ای برخوردار است.

بدنه‌های سرامیکی بر پایه کاربیدها، نیتریدها و بوریدها ویژگی‌های جالبی مانند دمای ذوب بالا (بیش از ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، سختی بالا، خنثی بودن از نظر شیمیایی و مقاومت به اکسایش بالایی در بیشتر محیط‌های دما بالا دارند. این خانواده از مواد مهندسی با عنوان سرامیک‌های بسیار دما بالا<sup>۶</sup> شناخته می‌شوند. در این میان دیبوریدهایی مانند دیبورید زیرکونیم<sup>۷</sup> و دیبورید هافنیم<sup>۸</sup>، ویژگی‌های مکانیکی و فیزیکی جالبی از جمله دمای ذوب بالا، رسانش الکتریکی و گرمایی بالا، پایداری خوب در برابر مذاب فلزات و مقاومت به شوک گرمایی بالا دارند [۵].

<sup>1</sup> Silicon Carbide (SiC)

<sup>2</sup> Silicon Nitride (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

<sup>3</sup> Silicon Oxide (SiO<sub>2</sub>)

<sup>4</sup> Zirconia (ZrO<sub>2</sub>)

<sup>5</sup> Hafnia (HfO<sub>2</sub>)

<sup>6</sup> Ultra High Temperature Ceramics (UHTCs)

<sup>7</sup> Zirconium Diboride (ZrB<sub>2</sub>)

<sup>8</sup> Hafnium Diboride (HfB<sub>2</sub>)

## ۱- سرامیک‌های بسیار دما بالا

پژوهش بر روی سرامیک‌های بسیار دما بالا به وسیله نیروی هوایی آمریکا<sup>۱</sup> در سال ۱۹۶۰ آغاز شد و به وسیله سازمان هوافضای آمریکا (ناسا<sup>۲</sup>) ادامه یافت [۵]. پایه این مواد، دیبورید زیرکونیم و دیبورید هافنیم است که برآیند بینظیری از ویژگی‌های مکانیکی و فیزیکی، شامل دمای ذوب بالا (بالای ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، رسانش الکتریکی و گرمایی بالا، خنثایی شیمیایی در برابر مذاب فلزات و مقاومت زیاد به شوک گرمایی را دارند [۶، ۷ و ۸].

از کاربردهای دیبوریدها می‌توان به سازه‌های محافظ گرمایی برای تجهیزات فراصوتی، سامانه‌های پیش‌ران [۱ و ۸]، المنت‌های کوره، بوته‌های دیرگداز و الکترودهای قوس پلاسمای [۹] اشاره نمود. دیبورید زیرکونیم در میان سرامیک‌های بسیار دما بالا، کمترین چگالی نظری (۶/۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب) را دارد که آن را برای کاربردهای فضایی مناسب ساخته است [۱، ۶ و ۸]. از سوی دیگر استفاده از مواد تک فاز (به علت مقاومت کم به اکسایش و سایش) کاربردهای سازه‌ای دما بالای آنها را محدود ساخته است.

## ۲- دیبورید زیرکونیم (فاز زمینه)

دیبورید زیرکونیم، مقاومت به شوک گرمایی بالایی دارد و نسبت به فلزات سخت و دیرگداز، از نظر شیمیایی خنثی است. با پرس گرم پودر این ماده، می‌توان بوتهایی برای ذوب و ریخته‌گری فلزاتی مانند روی، منیزیم، مس، کادمیم، قلع، سرب، روبيديم، بيسموت، کروم و آلياژهایی مانند برنج و فولاد کربنی ساخت. دیبورید زیرکونیم به سرعت توسط مذاب فلزاتی مانند کروم، منگنز، کبالت، نیکل، نیوبیم، مولیبدن، تانتالیم و حتی شبه فلز سیلیسیم خورده می‌شود و مورد حمله نمک‌های مذاب مانند اکسید سدیم، هیدروکسید سدیم و کربنات‌های قلیایی قرار می‌گیرد. اکسایش این ماده در هوا و در دماهای بالاتر از ۱۱۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد رخ می‌دهد ولی در اتمسفر احیایی تا دمای بالای ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز پایدار می‌ماند.

از میان مواد سرامیکی بسیار دما بالا، مواد بر پایه ZrB<sub>2</sub> به دلیل داشتن ویژگی‌هایی مانند دمای ذوب بالا، چگالی نسبی پایین و سختی بالا مورد توجه هستند [۱۰].

برخی از ویژگی‌های فیزیکی ZrB<sub>2</sub> در جدول ۱-۱ به نمایش درآمده است.

<sup>1</sup> Air Force Material Laboratory (AFML)

<sup>2</sup> National Aeronautics and Space Administration (NASA)

جدول ۱-۱ برخی از ویژگی‌های فیزیکی ZrB<sub>2</sub> [۱۰].

مقدار	ویژگی
۶/۱۱۹	چگالی (گرم بر سانتی‌متر مکعب)
۳۲۴۵	دمای ذوب (درجه سانتی‌گراد)
۴۸۹	مدول کشسان (گیگاپاسکال)
۲۳	سختی ویکرز (گیگاپاسکال)
$۶/۸ \times 10^{-6}$	ضریب انبساط گرمایی (بر درجه کلوین)
۶۰	رسانش گرمایی (وات بر متر بر درجه کلوین)
۴۸/۲	ظرفیت گرمایی در ۲۵ درجه سانتی‌گراد (ژول بر مول بر درجه کلوین)

برآیند دمای ذوب، رسانش گرمایی بالا و چگالی به نسبت پایین ZrB<sub>2</sub> این ماده را برای کاربردهای هواپاک مناسب می‌سازد. یکی از ویژگی‌های مهم ZrB<sub>2</sub> استحکام پایین (۳۰۰ تا ۴۰۰ مگاپاسکال) در دمای محیط و افت بیشتر استحکام در دمای بالا است. از این رو، مواد دیگری مانند کاربید سیلیسیم و نیترید سیلیسیم برای بهبود استحکام، چگالی و ریزدانه کردن ساختار به ZrB<sub>2</sub> افزوده می‌شود [۱۰].

### ۱-۳ کاربید سیلیسیم (فاز تقویت‌کننده)

کاربید سیلیسیم رایج‌ترین افزودنی برای کامپوزیت‌های پایه ZrB<sub>2</sub> است. اهمیت اصلی SiC در این کامپوزیت‌ها، افزایش چگالی و بهبود تفجوشی‌پذیری، جلوگیری از رشد دانه و بهبود مقاومت به اکسایش و سایش است [۱۱ تا ۱۸]. مونتورد<sup>۱</sup> [۱۲] نشان داد که ZrB<sub>2</sub> دارای ۲۰ درصد حجمی SiC بسیار ریز (با میانگین اندازه ۰/۸ میکرومتر) با پرس گرم در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۴۰ مگاپاسکال به مدت ۲۰ دقیقه در خلاء به چگالی کامل می‌رسد. با پرس گرم مخلوط پودر ZrB<sub>2</sub> با ۳۰ درصد حجمی SiC (با اندازه ۰/۵ میکرومتر) در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۳۲ مگاپاسکال به مدت ۴۵ دقیقه در اتمسفر آرگون می‌تواند به چگالی نسبی ۹۷ درصد رسید [۱۴]. افزون بر این، افزودن ۲۲/۴ درصد حجمی SiC با اندازه نانو (۴۰ نانومتر تا ۰/۶ نانومتر) به طور چشمگیری دمای پرس گرم برای رسیدن به چگالی کامل را تا ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش می‌دهد (در فشار ۶۰ مگاپاسکال به مدت ۱۲۰ دقیقه) [۱۳]. بهبود چگالی با افزودن SiC به تشکیل فاز مایع میان‌دانه‌ای در هنگام پرس گرم ارتباط دارد که به چگال شدن در دمای کمتر کمک می‌کند [۱۲ و ۱۳].

<sup>۱</sup> Monteverde

## ۴-۱ کامپوزیت‌های ZrB<sub>2</sub>-SiC

افزودن SiC به ZrB<sub>2</sub> باعث بهبود استحکام مکانیکی ZrB<sub>2</sub> می‌شود. چمبرلین<sup>۱</sup> [۱۱] تاثیر ویژگی‌های مکانیکی ZrB<sub>2</sub> با افزودنی SiC در بازه ۰ تا ۳۰ درصد حجمی را بررسی کرد. او در بررسی خود، از پودر ZrB<sub>2</sub> با خلوص بالای ۹۹ درصد در اندازه ۲ میکرومتر<sup>۲</sup> و SiC با خلوص بالای ۹۸/۵ درصد در اندازه ۰/۷ میکرومتر<sup>۳</sup> استفاده کرد. او مخلوط پودر ZrB<sub>2</sub> با ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد حجمی SiC را به مدت ۲ ساعت در یک محفظه پوشش داده شده با تفلون با هگران با سرعت ۶۰۰ دور بر دقیقه آسیاب کرد. پس از مخلوط کردن، دوغاب در یک خشک‌کن چرخشی خشک می‌شود. مخلوط پودر به دست آمده در قالب گرافیتی در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴۵ دقیقه با فشار ۳۲ مگاپاسکال در اتمسفر آرگون پرس گرم می‌شود. بررسی‌های او نشان داد که با افزایش میزان SiC، استحکام نزدیک به دو برابر می‌شود و از ۵۶۵ مگاپاسکال (برای ZrB<sub>2</sub> خالص) به ۱۰۸۹ مگاپاسکال (برای افزودنی ۳۰ درصد حجمی SiC) افزایش می‌یابد. چقرومگی شکست با افزایش میزان SiC افزایش می‌یابد، چقرومگی شکست نمونه بدون افزودنی ۳/۵ مگاپاسکال جذر متر است که با افزودن ۳۰ درصد حجمی SiC به ۵/۳ مگاپاسکال جذر متر افزایش می‌یابد.

مقدم [۱۹] در بررسی اثر درصد حجمی SiC و دما، از پودر ZrB<sub>2</sub> با خلوص بالای ۹۹ درصد در اندازه ۲ میکرومتر<sup>۴</sup> و SiC با خلوص بالای ۹۹ درصد در اندازه ۲ میکرومتر<sup>۵</sup> استفاده کرد. او مخلوط پودر ZrB<sub>2</sub> با ۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۳۰ درصد حجمی SiC را به روش خشک در یک محفظه زیرکونیایی و با گلوله‌هایی از جنس زیرکونیا به مدت ۱ ساعت در آسیاب سیارهای با سرعت ۱۲۰ دور بر دقیقه مخلوط کرد. مخلوط پودر به دست آمده درون قالب گرافیتی ریخته شد و برای بررسی تاثیر دمای تفجوشی بر چگال شدن کامپوزیت، نمونه‌ها را در ۳ دمای ۱۶۵۰، ۱۸۵۰ و ۲۰۵۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۱۲ مگاپاسکال به مدت ۳۰ دقیقه پرس گرم شدند.

مقدم چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده با درصدهای حجمی گوناگون SiC در دماهای گوناگون را (شکل ۱-۱) بررسی کرد.

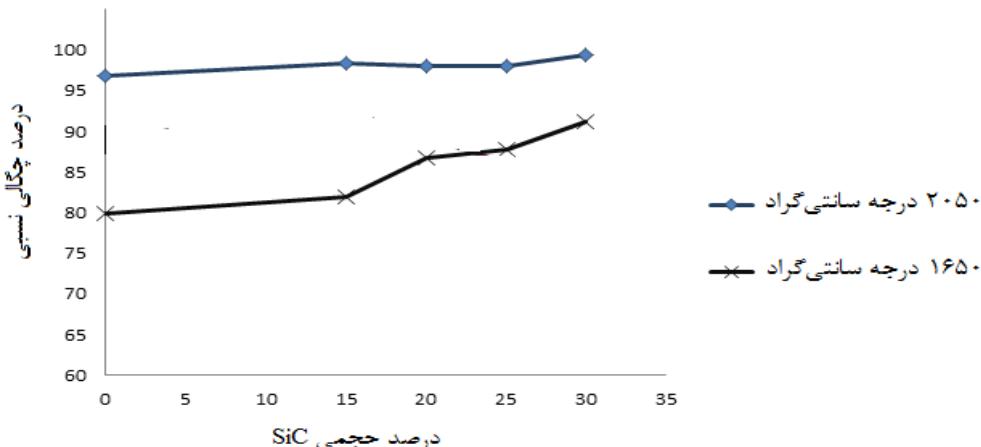
<sup>۱</sup> Chamberlain

<sup>۲</sup> Grade B, H.C. Starck, Newton, MA

<sup>۳</sup> Grade UF-10, H.C. Starck

<sup>۴</sup> Leyung Hi-tech Co. China

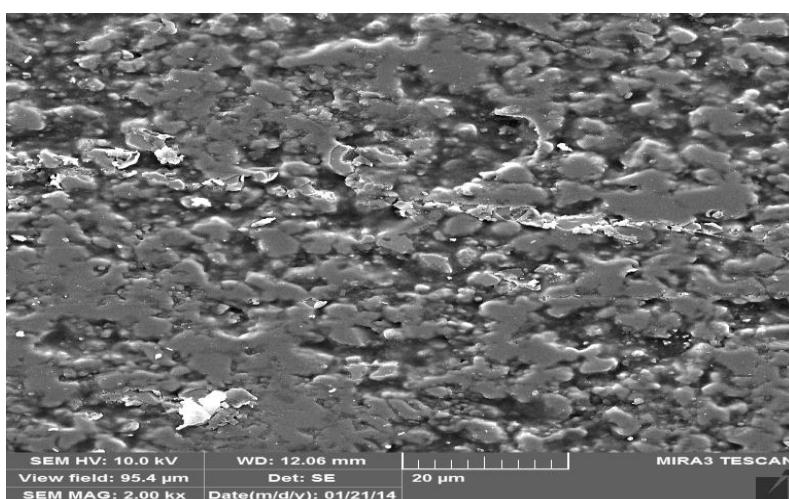
<sup>۵</sup> Carborundum Universal Limited, India



شکل ۱-۱ چگالی نسبی نمونه‌های پرس گرم شده در دماهای ۱۶۵۰ و ۲۰۵۰ درجه سانتی گراد در صدھای حجمی گوناگون SiC [۱۹].

با توجه به نمودار شکل ۱-۱ روشن می‌شود که با افزایش دمای پرس گرم، چگالی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. در هر دو دما، با افزایش درصد حجمی SiC، چگالی نسبی افزایش می‌یابد و تاثیر افزایش درصد حجمی SiC، در نمونه‌های پرس گرم شده در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی گراد، بیشتر از دمای ۲۰۵۰ درجه سانتی گراد است. در دمای ۲۰۵۰ درجه سانتی گراد، چگالی نسبی همه نمونه‌ها نزدیک به ۱۰۰ درصد است، در نتیجه چگالی در این دما به تغییر درصد حجمی SiC چندان وابسته نیست.

مقدم ریزساختار کامپوزیت‌ها را با میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی کرد، که چند نمونه از آنها در شکل ۱-۲ و ۱-۳ نمایش داده شده است.



شکل ۱-۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت ZrB<sub>2</sub> دارای ۳۰ درصد حجمی SiC پرس گرم شده در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی گراد [۱۹].