به نام خدا

دانشگاه شاهرود

دانشکده مهندسی مکانیک

پایان‌نامه کارشناسی ارشد

گرایش ساخت و تولید

عنوان

ساخت نانوکامپوزیت نانولوله کربنی-زیرکونیا-آلومین به روش پوشش‌دهی–فشردن و بررسی خواص آن

نگارش

امید سام دلیری

استادان راهنما

دکتر سید هادی قادری و دکتر مجتبی قطعی

پاییز ۱۳۹۲

مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۶)

شماره :

تاریخ :

ویرایش :

بسمه تعالی

فرم صورت جلسه دفاع از پایان نامه تحصیلی دوره کارشناسی ارشد

با تأییدات خداوند متعال و با استعانت از حضرت ولی عصر (عج) ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد خانم / آقای امید سام دلیری رشته مکانیک گرایش ساخت و تولید تحت عنوان ساخت نانوکامپوزیت نانولوله کربنی-زیرکونیا- آلومین به روش پوشش‌دهی-فشردن و بررسی خواص آن که در تاریخ ۱۳۹۲/۷/۲۹ در ساعت ۱۲:۳۰ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می گردد:

قبول (با درجه : بسیار خوب) امتیاز ۱۸٫۰۷ ☐ دفاع مجدد ☐ مردود ☐

۱ـ عالی (۲۰ ـ ۱۹)

۲ـ بسیار خوب (۱۸/۹۹ ـ ۱۸)

۳ـ خوب (۱۷/۹۹ ـ۱۶)

۴ـ قابل قبول (۱۵/۹۹ ـ ۱۴)

۵- نمره کمتر از ۱۴ غیر قابل قبول

عضو هیأت داوران	نام ونام خانوادگی	مرتبهٔ علمی	امضاء
۱ـ استادراهنمای اول	دکتر سید هادی قادری	استادیار	
۱ـ استادراهنمای دوم	دکتر مجتبی قطعی	استادیار	
۲ـ استاد مشاور			
۳ـ نماینده شورای تحصیلات تکمیلی	دکتر رضا طاهریان	استادیار	
۴ـ استاد ممتحن	دکتر مهدی گردویی	استادیار	
۵ ـ استاد ممتحن	دکتر مجید محمدی	استادیار	

رئیس دانشکده : دکتر مهدی قناد کهتویی

دانشکده مکانیک
دانشگاه صنعتی شاهرود

تقدیم‌نامه

این اثر را به خانواده عزیزم که در تمام فراز و نشیب‌های زندگی یار و همراهم بودند، همچنین به استادان توانمند و عزیزم که مرا در این راه خطیر یاری نمودند تقدیم می‌کنم.

چکیده

سرامیک‌های مهندسی، سفتی و پایداری حرارتی بالایی دارند و دارای چگالی نسبی پایینی می‌باشند. اما، تردی مانع استفاده از آنها در ساختار مواد می‌شود. در این میان، آلومین به عنوان یک سرامیک مهندسی با وجود دارا بودن ویژگی‌های منحصر به فردی مثل سختی، مقاومت به سایش، مقاومت به خستگی و مقاومت به خوردگی بالا، چقرمگی پایینی دارد. با ترکیب و گنجاندن نانولوله‌های کربنی به مواد سرامیکی توقع بر این است که به کامپوزیت‌های سرامیکی پایدار حرارتی و چقرمه، با سفتی بالا برسیم. از دیگر روش‌های موثر در بهبود چقرمگی آلومین، استفاده از فاز ثانویه زیرکونیای هشت وجهی می‌باشد. در این تحقیق ابتدا پودر نیترات آلومینیم در اتانول حل شده، ذرات نانولوله کربنی به کمک عملیات فراصوت در آن پراکنده شده و با حرارت دادن محلول در دمای ۴۰۰ °C بر روی نانولوله کربنی، پوشش اکسید آلومینیم ایجاد شد. در مرحله بعد، پودر حاصل با پودرهای اکسید زیرکونیم پایدار شده و آلومین مخلوط شده، به کمک پرس تک محوری، نمونه‌های گرده شکل از آن تهیه شد. به منظور بررسی اثر اندازه آلومین در خواص مکانیکی نانوکامپوزیت سه‌تایی نانولوله کربنی-آلومین-زیرکونیا، به دو صورت ماکرو و نانو با درصد وزنی یکسان اضافه شد. نمونه‌های گرده شکل در دمای ۱۳۰۰ °C در کوره تحت اتمسفر گاز آرگون تفجوشی شدند. سپس چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس اندازه‌گیری، میکرو سختی و چقرمگی نمونه‌ها به ترتیب به روش ویکرز و آنستیس اندازه‌گیری شد. استحکام با روش یک ساچمه روی سه ساچمه اندازه‌گیری و ریزساختار و فازهای موجود در قطعه به کمک میکروسکوپ الکترونی و آنالیز تفرق اشعه ایکس بررسی شد. نتیجه اینکه در دمای دمای ۱۳۰۰ °C در کوره تحت گاز آرگون، ساختار پودر پوشش‌داده شده کریستالی شد. از طرفی با افزودن نانوله کربنی با سه درصد وزنی به آلومین چقرمه شده با زیرکونیا، سختی افزایش اما چقرمگی شکست کاهش یافت. از طرفی افزودن نانو آلومین در مقایسه با آلومین ماکرو باعث افزایش بیشتری در استحکام، سختی و کاهش چگالی نانوکامپوزیت می‌شود.

واژگان کلیدی: آلومین، زیرکونیا، نانولوله کربنی، نانوکامپوزیت.

سپاس‌گزاری

نتیجه و محصول تلاش‌هایم را در پایان‌نامه‌ای که پیش رو دارید، قرار دادم. بدون تردید این راه ناهموار، بی‌عنایت پروردگار و همکاری استادان و عزیزانی که مرا در این راه خطیر یاری کردند، امکان‌پذیر نبود. بر خود می‌دانم، صمیمانه از تمامی بزرگانی که مرا در تمام لحظات دشوار انجام این پروژه مرا حمایت کردند، در این جا به نیکی یاد کنم.

- استادان ارجمند و گرانقدرم آقایان دکتر سید هادی قادری و دکتر مجتبی قطعی که در تمام مراحل انجام پروژه و نگارش آن از یاری علمی، معنوی و مالی‌شان بهره‌مند بودم.
- جناب آقای مهندس کبیریان سرپرست آزمایشگاه تجزیه مواد دانشکده مهندسی معدن دانشگاه شاهرود، که در تمام مراحل آزمایش تفرق اشعه ایکس مرا یاری نمودند.
- جناب آقای مهندس محسن قربان؛ دوست قدیمی و همکلاسی عزیزم که همکاری لازم جهت انجام آزمایش میکروسکوپ الکترونی را انجام داد.
- و در نهایت خانواده فداکارم که وجودشان گرمی بخش زندگیم و عشقشان دلیلی است بر ادامه راه. ای کاش مرا یارای جبران اندکی از این همه بود.

تعهدنامه

اینجانب امید سام دلیری دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مکانیک دانشکده مهندسی مکانیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه: "ساخت نانوکامپوزیت نانولوله کربنی- آلومین- زیرکونیا به روش پوشش‌دهی- فشردن و بررسی خواص آن" با راهنمایی دکتر سید هادی قادری و دکتر مجتبی قطعی متعهد می شوم .

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است .
- در استفاده از نتایج پژوهش‌های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است .
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام « دانشگاه صنعتی شاهرود » و یا « Shahrood University of Technology » به چاپ خواهد رسید .
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آن‌ها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است .
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری ، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ ۱۳۹۲/۱۰/۱۶

امضای دانشجو

امید سام دلیری

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج ، کتاب ، برنامه های رایانه ای ، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد . این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود .
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

فهرست عنوان‌ها

چکیده ..... أ

تقدیم‌نامه ..... ث

سپاس‌گزاری ..... ج

فهرست عنوان‌ها ..... ح

فهرست شکل‌ها ..... ذ

فهرست جدول‌ها ..... س

فهرست نشانه‌ها ..... ش

فصل ۱ مقدمه تحقیق ۱

۱-۱ پیشینه تحقیق ۱

۱-۲ کامپوزیت آلومین-زیرکونیا (ZTA) ۵

۱-۳ مکانیزم‌های چقرمه‌سازی در کامپوزیت‌های سرامیکی ۶

۱-۳-۱ چقرمه‌سازی ناشی از استحاله فازی ۶

۱-۳-۲ چقرمه‌سازی ناشی از میکروترک ۸

۱-۳-۳ چقرمه‌سازی ناشی از انحراف ترک ۹

۱-۳-۴ چقرمه‌سازی ناشی از پل‌زنی ترک‌ها ۱۰

۱-۳-۵ چقرمه‌سازی ناشی از بیرون زدن الیاف ۱۰

۱-۴ روش‌های آماده‌سازی کامپوزیت آلومین-زیرکونیا ۱۱

۱-۴-۱ روش ریخته‌گری ژله‌ای ۱۱

۱-۴-۲ روش ریخته‌گری نواری ۱۲

۱-۴-۳ روش پوشش‌دهی الکتروفورتیک ۱۳

۱-۴-۴ روش اشباع بسپار ۱۳

۱-۵ نانولوله‌های کربنی ۱۴

۱-۵-۱ ویژگی‌های منحصربه فرد نانولوله‌کربنی ۱۵

۱-۵-۲ روش‌های ساخت نانولوله کربنی ۱۶

۱-۵-۳ خالص‌سازی ۱۹

۱-۶ نانوکامپوزیت سرامیک-نانولوله کربنی ۲۱

۱-۶-۱ ساخت نانوکامپوزیت‌های سرامیک-نانولوله کربنی ۲۱
۱-۶-۲ خصوصیات مکانیکی نانوکامپوزیت‌های سرامیک-نانولوله‌کربنی ۲۴

فصل ۲ روش تحقیق ۲۶

۲-۱ هدف پژوهش ۲۶
۲-۲ مواد اولیه مصرفی ۲۷
۲-۳ تهیه پودر پوشش‌داده شده نانولوله کربنی چندجداره با آلومین ۳۱
۲-۴ کریستالی کردن پودر آلومین-نانولوله کربنی چند جداره ۳۳
۲-۵ تهیه پودر آلومین-زیرکونیا- نانولوله کربنی ۳۴
۲-۶ شکل‌دهی پودر آلومین-زیرکونیا-نانولوله کربنی ۳۶
۲-۷ تفجوشی نمونه‌های تهیه شده ۳۷
۲-۸ خواص مکانیکی نمونه‌ها تفجوشی شده ۳۸
۲-۸-۱ مطالعه خواص مکانیکی ۳۸

فصل ۳ نتایج و بحث ۴۴

۳-۱ بررسی فازی و دمای تجزیه پودر پوشش داده شده به منظور کریستالی کردن ۴۴
۳-۲ بررسی مورفولوژی پودرهای تهیه شده ۴۶
۳-۳ بررسی نتایج خواص مکانیکی ۴۹
۳-۳-۱ بررسی چگالش گرده تفجوشی شده ۴۹
۳-۳-۲ بررسی فازی سطح گرده تفجوشی شده ۵۰
۳-۳-۳ سختی، چقرمگی شکست و استحکام نمونه‌های تفجوشی شده ۵۱

فصل ۴ نتیجه‌گیری ۵۳

منابع ۵۸

پیوست ۶۴

فهرست شکل‌ها

شکل ۱-۱- (الف) سرامیک آلومین- زیرکونیا به عنوان ابزار برشی (ب) سرامیک آلومین زیرکونیا به عنوان ایمپلمنت‌های دندانی (ج) سرامیک آلومین- زیرکونیا برای اتصالات مفصل ران ۶

شکل ۱-۲- استحاله مارتنزیتی دانه‌های زیرکونیا [۳۳]..... ۷

شکل ۱-۳- مکانیزم‌های افزایش چقرمگی توسط الیاف (الف) بیرون زدن الیاف (ب) پل‌زنی ترک [۳۷] ۹

شکل ۱-۴- بیرون کشیدن رشته از زمینه: (الف) ترتیب آزمایش (ب) نمودار نیرو–جابجایی (انرژی جدا شدن مساحت زیر قسمت OAB و انرژی بیرون کشیدن مساحت OBCD است) [۳۸]..... ۱۱

شکل ۱-۵- دستگاه ریخته‌گری نواری اتوماتیک [۴۱]..... ۱۳

شکل ۱-۶- الف) قالب و نمونه خام ب) غوطه‌وری نمونه در محلول نیترات آلومنیم تحت خلا..... ۱۴

شکل ۱-۷- فرم‌های مختلف کربن و انواع نانولوله‌های کربنی [۴۴] ۱۵

شکل ۱-۸- دستگاه تخلیه قوس الکتریکی الف) نمای بیرونی ب) نمای داخلی [۴۶]..... ۱۷

شکل ۱-۹- شماتیکی از روش تبخیر لیزری [۴۷]..... ۱۸

شکل ۱-۱۰- شماتیکی از دستگاه رسوب بخار شیمیایی [۴۹]..... ۱۹

شکل ۱-۱۱- نمایی فرضی از الف) نانواسیلاتور ب) نانو چرخ‌دنده [۴۵]..... ۲۱

شکل ۱-۱۲- روش کلوئیدی برای نانوکامپوزیت‌های سرامیک- نانولوله‌کربنی ۲۳

شکل ۱-۱۳- شماتیکی از روش‌های رایج تفجوشی: الف) فشردن داغ ب) تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای..... ۲۴

شکل ۲-۱- نیترات آلومینیم..... ۲۸

شکل ۲-۲- نانولوله‌کربنی چندجداره..... ۳۰

شکل ۲-۳- محلول یکنواختی از پلی وینیل الکل با ۸ درصد وزنی..... ۳۱

شکل ۲-۴- الف) محلول نیترات آلومینیم ب) پراکنده‌سازی نانولوله‌کربنی درون محلول نیترات آلومینیم توسط دستگاه فراصوت..... ۳۲

شکل ۲-۵- محلول یکنواخت از نانولوله کربنی چندجداره و محلول آلومینیم نیترات..... ۳۲

شکل ۲-۶- الف) کوره معمولی ب) نمودار دمای کوره بر حسب زمان، برای انجام فرایند پوشش‌دهی..... ۳۳

شکل ۲-۷- الف) محفظه گازآرگون فشرده به همراه تنظیم کننده فشار گاز ب) گاز آرگون ورودی کوره قبل از ورود، از بشر حاوی آب گرم می‌گذرد. ج) قسمت خروجی گاز آرگون از کوره..... ۳۴

شکل ۲-۸- ته‌نشین شدن اجزای نمونه گرده پس از فراصوت..... ۳۵

شکل ۲-۹- الف) پرس هیدرولیک ب) نمونه تولید شده پس از شکل‌دهی و قبل از تف‌جوشی..... ۳۶

شکل ۲-۱۰- نمونه‌های تولید شده پس از تف‌جوشی..... ۳۸

شکل ۲-۱۱- الف) نمونه غوطه‌ور شده در بشر حاوی آب مقطر ب) نمونه در حالت آزاد..... ۳۹

شکل ۲-۱۲- لوزی به‌جای مانده از سنبه و اندازه‌گیری قطرهای لوزی و عدد سختی ویکرز..... ۴۰

شکل ۲-۱۳- بخش‌های مختلف در تست B3B..... ۴۳

شکل ۲-۱۴- دستگاه تست فشار برای اندازه‌گیری استحکام..... ۴۳

شکل ۳-۱- طیف XRD برای نانولوله‌کربنی چندجداره بدون پوشش..... ۴۴

شکل ۳-۲- نانولوله کربنی پوشش‌داده شده الف) در دمای ^{o}C ۴۰۰ ب) ^{o}C ۵۵۰..... ۴۵

شکل ۳-۳- طیف XRD برای نانولوله‌کربنی پوشش‌داده شده در دماها و شرایط مختلف..... ۴۶

شکل ۳-۴- آزمایش SEM روی نانولوله‌کربنی بدون پوشش الف) با بزرگنمایی ۸۰۰۰ برابر ب) با بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ برابر ج) در حالت پراکنده شده به صورت یکنواخت..... ۴۷

شکل ۳-۵- آزمایش SEM روی نانولوله‌کربنی پوشش‌داده در دمای ^{o}C ۴۰۰ الف) با بزرگنمایی ۱۸۰۰۰ برابر ب) با بزرگنمایی ۳۶۰۰۰ برابر..... ۴۸

شکل ۳-۶- شماتیکی از پوشش‌دهی اکسید آلومینیم روی نانولوله کربنی چندجداره [۳۱]..... ۴۹

شکل ۳-۷- طیف XRD برای نانوکامپوزیت‌های تف جوشی شده در دمای ^{o}C ۱۳۰۰ الف) نمونه A و B ب) نمونه C وD پ) نمونه E وF..... ۵۱

شکل ۴-۱- چگالی نمونه‌ها در دمای $1300^{o}C$..... ۵۴

شکل ۴-۲- سختی نمونه‌ها در دمای $1300^{o}C$..... ۵۵

شکل ۴-۳- چقرمگی شکست نمونه‌ها در دمای $1300^{o}C$..... ۵۵

شکل ۴-۴- استحکام شکست نمونه‌ها در دمای ۱۳۰۰°C ۵۶

فهرست جدول‌ها

جدول ۱-۱- مقایسه چقرمگی، سختی در آلومین، زیرکونیا و کامپوزیت آلومین- زیرکونیا [۳۲]. ۵

جدول ۲-۱- مشخصات درصد وزنی اجزای نیترات آلومینیم نوناهیدرات..... ۲۸

جدول ۲-۲- خصوصیات اتانول ۹۶ [۷۲]..... ۲۹

جدول ۲-۳- خصوصیات مکانیکی پودر زیرکونیای پایدار شده (3YSZ) [۳۱]..... ۳۰

جدول ۲-۴- مقدار اجزای هر نمونه برحسب گرم..... ۳۵

جدول ۳-۱- چگالی نمونه‌ها در دمای ۱۳۰۰ °C..... ۵۰

جدول ۳-۲- سختی ویکرز نمونه‌ها..... ۵۲

جدول ۳-۳- چقرمگی شکست نمونه‌ها..... ۵۲

جدول ۳-۴- استحکام نمونه‌های به دست آمده از تست B3B..... ۵۲

فهرست نشانه‌ها

دما	T	فشار	P
طول	L	مدول یانگ	E
جرم	m	زمان بر حسب ساعت	$t(h)$
حجم	v	ضخامت	t
تنش برشی	τ	چگالی	ρ
سختی	H	ضریب هندسه	f
چقرمگی	K_{IC}	نیروی شناوری	B
قطر	D	شتاب جاذبه	g
نیرو	F		
زاویه	θ		

فصل ۱ مقدمه تحقیق

سرامیک‌های مهندسی به دلیل سفتی و پایداری حرارتی ذاتی، استحکام مکانیکی دمای بالا و چگالی پایین مورد توجه و استفاده قرار گرفته‌اند. کاهش اندازه سرامیک‌ها به ابعاد زیر میکرون و نانومتر باعث افزایش قابل‌ملاحظه‌ای در سختی و استحکام شکست آنها می‌شود.

۱-۱ پیشینه تحقیق

سرامیک‌های مهندسی به دلیل تردی بالا و تغییر شکل پلاستیک بسیار محدود، چقرمگی شکست پایینی از خود نشان می‌دهند. یکی از راه‌ها برای غلبه بر این ضعف‌ها، آماده‌سازی مواد کامپوزیتی می‌باشد که در آن زمینه توسط فاز دوم که به شکل ذره‌ها یا ویسکرها و در سال‌های اخیر به طور قابل توجه به شکل ساختارهای الیافی می‌باشد، تقویت می‌شود. اغلب در سرامیک‌های پیشرفته در ابعاد نانو، فاز دوم از ساختارهایی به شکل نانوالیاف[1] یا نانولوله گرفته می‌شود [۱]. به طور کلی دیدگاهای مختلفی برای افزایش چقرمگی شکست سرامیک‌ها وجود دارد که شامل چقرمه‌کردن از طریق استحاله‌های فازی[2]، چقرمه کردن با فاز نرم[3] و چقرمه کردن با الیاف تقویت‌کننده[4] می‌باشد [۲-۱۳].

[1] Carbon Nanofiber
[2] Transformation toughening
[3] Ductile phase toughening
[4] Fiber toughening

برای پلی‌کریستال‌ها، سرامیک‌های شامل زیرکونیا (ZrO_2)، ترکیبی از استحکام بالا، چقرمگی شکست بالا و پایداری شیمیایی بالایی به همراه دارند و باعث می‌شوند تا در شرایط سخت و بحرانی از آنها استفاده کرد [۱۴]. از مهم‌ترین کاربردهای آن در صنعت اتمی، به عنوان یک ماده بی‌اثر برای ذخیره‌سازی پلوتونیم و به عنوان جمع‌کننده زباله‌های هسته‌ای می‌باشد. چقرمه‌کردن از طریق استحاله فازی در سرامیک‌های پایه زیرکونیا (ZrO_2) برای جلوگیری از پیشرفت ترک‌ها است. زیرکونیای خالص دارای سه ساختار بلورین مختلف مونوکلینیک (دمای اتاق تا ^{o}C ۱۱۷۰)، هشت وجهی (^{o}C ۱۱۷۰-۲۳۷۰) و مکعبی (^{o}C ۲۳۷۰<) است. با استفاده از عوامل پایدارساز می‌توان فازهای هشت وجهی و مکعبی را در دمای اتاق به صورت نیمه‌پایدار حفظ کرد [۱۵]. تحت بارگذاری تنش خارجی، استحاله فازی از هشت وجهی به مونوکلینیک در منطقه تحت تنش اطراف نوک ترک اتفاق می‌افتد [۱۶]. استحاله هشت وجهی به مونوکلینیک القا شده توسط تنش، معمولا به نام استحاله مارتنزیتی شناخته می‌شود. انجام این استحاله باعث انبساط شدید حجمی می‌گردد. در واقع این انبساط باعث بسته‌شدن ترک در نزدیکی نوک ترک می‌شود و کرنش حاصل از آن، تنش را در منطقه اطراف نوک ترک رها ساخته و به مقدار زیادی باعث تسهیل جذب انرژی شکست می‌گردد و از رشد ترک جلوگیری می‌کند [۱۷].

چقرمه‌سازی از طریق فاز نرم شامل واردسازی یک فاز فلزی نرم به داخل زمینه سرامیکی ترد است که تسلیم شدن ذره فلزی را تسهیل کرده و از رشد ترک‌ها جلوگیری می‌کند [۱۷]. به طور کلی مقادیر زیادی از ذرات فلزی (٪۷۰-۳۰) برای بهبود چقرمگی سرامیک‌ها مورد نیاز است. افزودن مقادیر زیاد میکرو ذرات فلزی قابلیت تفجوشی سرامیک‌ها را به طور قابل توجهی کاهش می‌دهد [۱۸].

چقرمگی شکست سرامیک‌ها را نیز می‌توان با افزودن تقویت کننده‌های سرامیکی به شکل ذرات کروی، ویسکرها و الیاف افزایش داد [۱۹, ۲۰]. اثر تقویت کنندگی الیاف نسبت به سایر شکل‌ها بیشتر است. مکانیزم‌های چقرمه‌سازی در کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی CMC[1] تقویت شده با الیاف، اساسا به انحراف ترک در سطح مشترک فیبر-زمینه[2]، پل‌زدن ترک[3] و بیرون زدن الیاف[4] مربوط است. ثابت شده است که اتصال ضعیف فصل مشترک الیاف–زمینه مکانیزم بیرون زدن الیاف را تسهیل می‌کند، زیرا اتصال قوی فصل

[1] Ceramic matrix composite
[2] Crack deflection.
[3] Crack bridging
[4] Fiber pull out

مشترک باعث می‌شود که ترک مستقیما از طریق الیاف رشد کند و منجر به کاهش چقرمگی شکست شود [۱۹, ۲۰].

اکسید آلومینیم (Al_2O_3) موسوم به آلومین، به عنوان یک سرامیک مهندسی دارای خواص ویژه‌ای چون خنثی بودن از لحاظ شیمیایی، سختی، مقاومت الکتریکی و استحکام دمای بالا می‌باشد. با استفاده از اولین روش چقرمگی اشاره شده در بالا و تولید نانوکامپوزیت‌های آلومین-زیرکونیا، کامپوزیت‌هایی با مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی، استحکام و چقرمگی بالا به دست می‌آید که سال‌هاست توجه محققان را به عنوان فولادهای سرامیکی به خود معطوف داشته است [۲۱].

سرامیک آلومین-زیرکونیا به دلیل داشتن خصوصیات عالی مانند: استحکام و مقاومت به خوردگی بالا به طور گسترده در صنعت مورد استفاده قرار می‌گیرد. این کامپوزیت‌ها به دلیل داشتن سختی بالا، استحکام و چقرمگی شکست بالا، به طور گسترده در ابزارهای برشی و ایمپلمنت‌های دندانی در پزشکی به کار می‌روند [۲۱]. از طرفی به دلیل داشتن چگالی کم، استحکام فشاری بالا و سختی بالا به طور وسیع در صنایع نظامی مانند نفربرها و سازه‌های هوایی به کار می‌روند [۲۲].

نانورشته‌ها و نانولوله‌های کربنی[1] از جمله مواد اولیه‌ای هستند که به علت ویژگی ساختمانی، دارای کاربردهای مکانیکی مختلف و ویژه‌ای می‌باشند. نانولوله‌های کربنی از مهم‌ترین ساختارها در مقیاس نانو هستند. این ترکیبات شیمیایی، با ساختار اتمی شبیه به صفحات گرافیت، از استوانه‌هایی به قطر چند نانومتر و طولی تا صدها میکرومتر تشکیل شده‌اند. این مواد در جهت محوری مقاومت کششی بسیار زیادی دارند و این مزیت بسیار خوبی برای ساخت سازه‌هایی با مقاومت بالا در جهت خاص است. دلیل این مقاومت بالا از یک طرف استحکام پیوند کربن-کربن در ساختار نانولوله کربنی و از طرف دیگر شش ضلعی بودن این ساختار است که به خوبی بار را در میان پیوندها توزیع می‌کند. از طرف دیگر پایداری حرارتی نانولوله‌ها نیز بسیار بالا است. به منظور دست‌یافتن به خواص عالی نانولوله کربنی، انواع مختلفی از آنها شکل گرفتند [۲۳, ۲۴] و برای غلبه بر محدودیت‌های آنها مواد کامپوزیت به کار گرفته شد [۲۵]. خواص منحصر به فرد مکانیکی در نانولوله‌ها امکان استفاده از آنان را در کاربردهای مختلف فراهم می‌کند [۲۶, ۲۷].

افزودن نانولوله‌های کربنی با فعال‌سازی روش سوم اشاره شده جهت چقرمه‌سازی، می‌تواند باعث افزایش چقرمگی و نیز افزایش هدایت الکتریکی و حرارتی و مقاومت به شوک حرارتی گردد. با این حال وجود

[1] Carbon nanotube

نیروهای قوی واندروالس بین این مواد منجر به تمایل شدید آنها به کلوخه شدن می‌شود که پراکنده‌سازی آنها را در زمینه سرامیکی بسیار مشکل ساخته است. بنابراین در مطالعه و بررسی مواد کامپوزیتی سرامیک-نانولوله کربنی دو مشکل وجود دارد. مشکل اول توزیع غیر یکنواخت نانولوله‌های کربنی در زمینه می‌باشد. انحلال نانولوله‌های کربنی با کیفیت در حلال بدون کیفیت می‌تواند منجر به جداسازی فازها در کامپوزیت به خاطر نیروی جاذبه واندروالسی گردد [۲۸]؛ در نتیجه ناهمگنی شدید ساختاری منجر به کاهش خواص مکانیکی این کامپوزیت‌ها می‌شود [۲۹]. مشکل دوم اتصال ضعیف میان نانولوله‌های کربنی و زمینه سرامیکی می‌باشد که منجر به محدود شدن قابلیت انتقال تنش از زمینه به نانولوله‌کربنی می‌گردد [۳۰]. از موارد لازم ساختاری، برای داشتن کامپوزیت‌های سرامیکی-نانولوله کربنی، توزیع یکنواخت زمینه می‌باشد.

در اکثر مطالعات قبلی، به دست آوردن ترکیب کامپوزیت آلومین-نانولوله کربنی، براساس روش‌های مکانیکی بوده و تعداد کمی از آنها نیز به بررسی پوشش‌دهی نانولوله کربنی با آلومین پرداختند [۳۱]. روش پوشش‌دهی تاکنون برای تولید کامپوزیت‌های مختلف مورد استفاده قرار گرفته است. در این تحقیق برای اولین بار از روش پوشش‌دهی-فشردن نانولوله‌های کربنی جهت تولید کامپوزیت‌های سه‌تایی (آلومین-زیرکونیا-نانولوله کربنی)، به منظور دست‌یابی به توزیع بهتر ذرات کامپوزیت و بهبود خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت.

سرامیک‌های شامل آلومین سختی و مقاومت به سایش مناسبی از خود نشان می‌دهند ولی استحکام خمشی و چقرمگی شکست پایینی دارند [۲۱]. تلاش‌های فراوانی برای بهبود خواص مکانیکی آنها با افزودن ذرات زیرکونیا و به دست آوردن کامپوزیت ZTA[1] صورت گرفته است. تحقیقات وسیعی نیز در زمینه افزودن نانولوله‌های کربنی به آلومین انجام شده است [۲۵]؛ هر چند به دست آوردن پراکندگی یکنواخت در این کامپوزیت‌ها مشکل است. روش‌هایی نیز برای ساخت کامپوزیت ZTA انجام شد مانند روش سل ژل[2]، پوشش‌دهی[3] و... . یکی از روش هایی که اخیرا در تهیه این کامپوزیت استفاده شد، روش اشباع بسپار[4] می‌باشد. در این فصل ابتدا به بررسی کامپوزیت‌های آلومین-زیرکونیا و روش‌های بهبود چقرمگی در آنها پرداخته و پس از آن روش‌های ساخت کامپوزیت آلومین-زیرکونیا و به خصوص روش اشباع بسپار بررسی

[1] Zirconia Toughened Alumina
[2] Solgel method
[3] Coating method
[4] Polymer Impregnation method

می‌شود. در ادامه نانولوله‌های کربنی و ویژگی‌های آنها به همراه روش‌های مختلف سنتز[1] و پراکنده‌سازی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

۱-۲ کامپوزیت آلومین-زیرکونیا (ZTA)

سرامیک‌های آلومینی چقرمه شده با زیرکونیا به دلیل ترکیب کردن خواص آلومین و زیرکونیا بسیار مورد توجه بوده‌اند. آلومین دارای استحکام، چقرمگی شکست مناسب، مقاومت سایشی بالا، مقاومت به خوردگی عالی و قیمت مناسب است. رشد آرام ترک در آنها منجر به شکست ناگهانی و از کار افتادن این نمونه‌ها می‌شود که سبب ضعف آنها شده است؛ بنابراین از زیرکونیا به عنوان فاز دوم که باعث افزایش قابل‌ملاحظه‌ای در استحکام و مهم‌تر از آن چقرمگی می‌شود؛ استفاده می‌گردد (جدول ۱-۱) [۳۲].

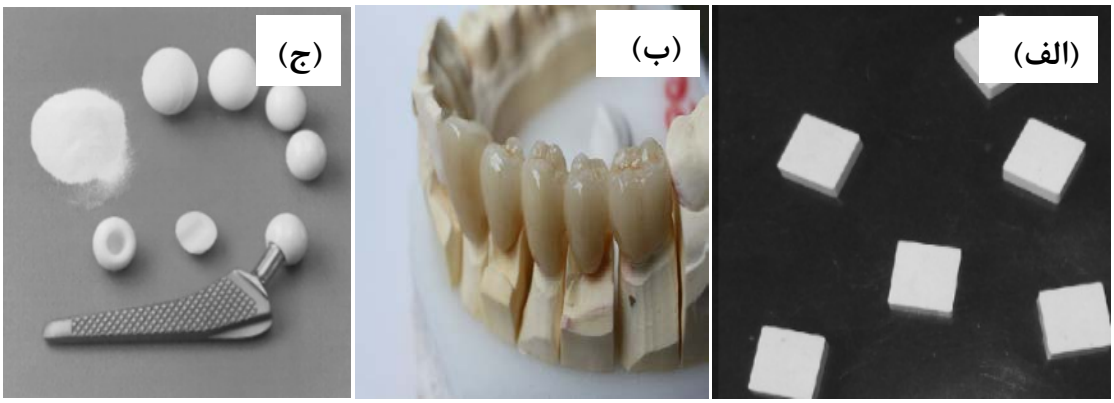
مطالعه در مورد افزودن زیرکونیا به عنوان فاز دوم توسط فیشر[2] آغاز شد که با افزودن ۱۵درصد حجمی زیرکونیا به چقرمگی شکست ۱۰ $MPa\ m^{1/2}$دست یافت [۳۲].

جدول ۱-۱- مقایسه چقرمگی، سختی در آلومین، زیرکونیا و کامپوزیت آلومین- زیرکونیا [۳۲].

ماده سرامیکی	چقرمگی (K_{IC}) $MPa\ m^{1/2}$	عدد سختی Vickers (H)
آلومین	۴،۵	۱۶۰۰
زیرکونیا	۵،۵	۱۲۹۰
آلومین- ۱۰ درصد حجمی زیرکونیا	۵،۹	۱۵۳۰

سرامیک‌های ZTA چقرمگی شکست ۷ $MPa\ m^{1/2}$ ، سختی ۱۵ GPa و استحکام خمشی ۹۱۰ MPa دارند. مقاومت به سایش آنها سه تا چهار برابر بیشتر از آلومین خالص است [۳۲]. این نوع سرامیک‌ها در ابزارهای برشی، نازل‌های اسپری ساینده‌ها، ترکیب‌های پروتزی و غیره استفاده می‌شوند (شکل ۱-۱) [۲۱].

[1] Synthesis
[2] Fisher



شکل ۱-۱- (الف) سرامیک آلومین- زیرکونیا به عنوان ابزار برشی (ب) سرامیک آلومین زیرکونیا به عنوان ایمپلمنت‌های دندانی (ج) سرامیک آلومین- زیرکونیا برای اتصالات مفصل ران

۱-۳ مکانیزم‌های چقرمه‌سازی در کامپوزیت‌های سرامیکی

به‌طور کلی مواد سرامیکی به دلیل طبیعت ذاتی‌شان به عنوان مواد ترد شناخته می‌شوند. دلایل تردی ذاتی سرامیک‌ها به طور خلاصه به شرح زیر است:

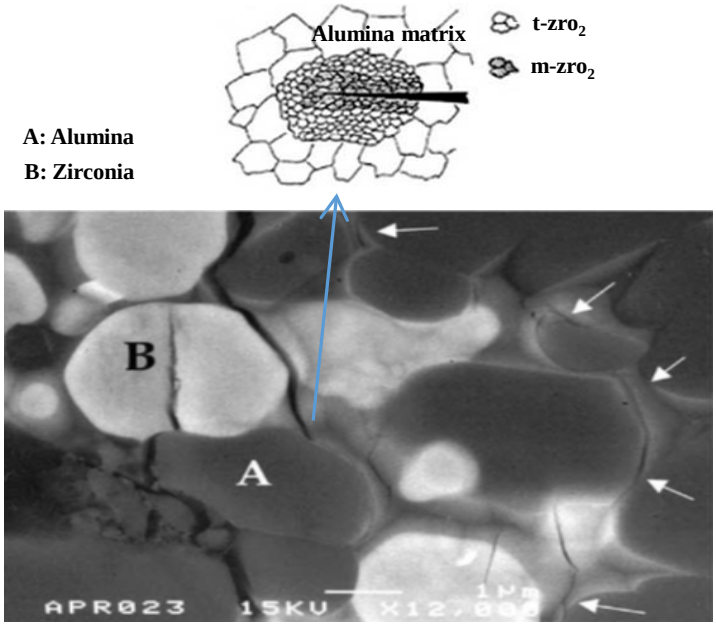
- پیوند یونی-کووالانسی شبکه کریستالی سرامیک‌ها عمدتا غیر متقارن بوده و تعداد محدود سیستم‌های لغزش، حرکت نابجایی‌ها درسرامیک‌ها را به شدت محدود می‌کند.
- ترک‌های ریز که طی فرایند ساخت مواد سرامیکی وارد شده‌اند، به عنوان محل‌های تمرکز تنش عمل نموده و به شکست ترک کمک می‌کنند.

مکانیزم‌های مختلفی برای افزایش چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها مطرح شده است که اغلب آنها بر مبنای افزایش انرژی لازم برای گسترش ترک استوارند. در این بخش مکانیزم‌های چقرمه‌سازی مطرح شده ناشی از استحاله فازی در سرامیک آلومین-زیرکونیا و نیز مکانیزم‌های چقرمه‌سازی ناشی از افزودن فیبرها و الیاف، به تشریح بیان خواهد شد [۲-۱۳].

۱-۳-۱ چقرمه‌سازی ناشی از استحاله فازی

در صورت استفاده از فازهای زیرکونیا در دمای بالا به صورت شبه‌پایدار، با اعمال تنش‌های داخلی (تنش کششی موجود در نوک ترک) استحاله‌هایی رخ می‌دهد که همراه با تغییر حجم هستند. استحاله مارتنزیتی ZrO_2 از شکل هشت وجهی به شکل مونوکلینیک در دمای محیط همرا با ٪۴ افزایش حجم و ٪۷ کرنش برشی است. افزایش حجم ناشی از این استحاله باعث ایجاد تنش‌های فشاری در مجاورت ترک خواهد شد.

تنش‌های پسماند ایجاد شده در زمینه و در اطراف ناحیه استحاله یافته، ترک را به عقب می‌رانند. سپس در راستای بستن ترک اشاعه یافته عمل نموده و در نتیجه چقرمگی افزایش می‌یابد [۱۶].



شکل ۱-۲- استحاله مارتنزیتی دانه‌های زیرکونیا [۳۳]

طبق شکل ۱-۲ با رشد ترک، ناحیه استحاله یافته تا سطح ترک گسترش یافته و چقرمگی را افزایش می‌دهد [۳۳].

برای پایدارسازی ذرات زیرکونیا، اندازه دانه آنها باید در محدوده مشخصی باشد. ذرات پایدار نشده که بزرگتر از اندازه بحرانی باشند، خود به خود طی عملیات سرد کردن استحاله خواهند یافت، درحالی که ذرات خیلی ریز حتی تحت تنش نیز دگرگون نخواهند شد. به طور مثال اندازه بحرانی ذره زیرکونیا برابر ۰,۰۰۶ µm است [۳۳].

دست‌یابی به فناوری نانو این امکان را فراهم کرده است که با ریز کردن دانه‌های زیرکونیا، شرایط نگهداری و باقی ماندن زیرکونیا به صورت هشت وجهی در دمای اتاق ممکن شود. در مجموع مواد نانو بلورین با ارائه خواص فیزیکی و شیمیایی برتر مانند همگنی فازی و پایداری در دمای کمتر، موجب گردیده است که تولید و ساخت نانوکامپوزیت ZTA، به سمت دنیای نانو قدم بردارد [۳۳].