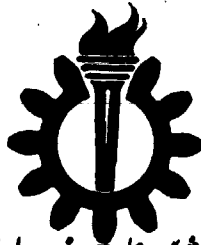




روزانه حضرت بزرگوار علی ابن
محمد در آن

۱۳۸۰ / ۸ / ۳۰

کتابخانه تخصصی
دانشگاه صنعتی
ایران



دانشگاه علم و صنعت ایران

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

تأثیر افزودنی زیرکونیا بر شوک پذیری حرارتی سرامیکهای آلومینایی

اکبر امینی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته

مهندسی مواد - سرامیک

استاد راهنما: دکتر علیرضا میرحبیبی

بهمن ماه ۱۳۷۹

013461

۴۴۷۴ س

تقديم به

پدر

مادر

و همسر

چکیده:

هدف اصلی این تحقیق بهبود خواص شوک پذیری آلومینا می باشد که در آن از زیرکونیای تثبیت نشده به عنوان عامل شوک پذیر استفاده شده است. در نحوه اختلاط و تهیه ترکیب دو روش اختلاط در آسیاب و اختلاط توسط تعلیق و انعقاد مورد استفاده قرارگرفت و نمونه ها در دمای زینترینگ آلومینای خالص زینتر شدند که اغلب آنها به حدود ۹۸ درصد دانسیته تئوری خود رسیدند.

اندازه گیری استحکام و مقاومت به شوک حرارتی نمونه ها در دماهای مختلف توسط روش رینگ تعیین و مورد بررسی قرارگرفت. سختی نمونه ها بوسیله ویکرز و چقرمگی (KIC) آنها از طریق اندازه گیری طول ترک این نفوذ محاسبه شد.

پارامتر R به عنوان یکی از پارامترهای شوک حرارتی که مبین طول بزرگترین ترک پایدار در قطعه است و از ارتباط بین استحکام و چقرمگی بدست می آید نیز تعیین و مورد بررسی قرارگرفت.

درصد فاز تتراگونال بوسیله XRD و مطالعات ریز ساختار توسط SEM انجام گرفت، تمام آزمایشات و بررسی ها نشان از این دارد که روش اختلاط در آسیاب و افزودن ده درصد حجمی زیرکونیا نتایج اپتیمی از نظر استحکام، چقرمگی و خواص شوک پذیری دارد (یعنی ترکیب m10z).

سپاسگزاری

در اینجا لازم می‌دانم با سپاس و قدردانی فراوان زحمات اساتید گرانقدر خود را در دانشکده مهندسی مواد، گروه سرامیک ارج بنهم و برای تمامی این عزیزان توفیق روز افزون را از خداوند مٔان خواستار باشم، بخصوص از جناب آقای دکتر میرحبیبی بخاطر راهنماییهای ارزنده شان کمال تشکر را دارم.

نظرات و همکاری همکاران گروه مواد سازمان پژوهشهای علمی و صنعتی خراسان در تمام مدت انجام پروژه چراغ راه و مساعدتی بود که به سرانجام رسیدن آن را مدیون این عزیزان هستم و صمیمانه تشکر می‌نمایم.

از تمامی اساتید محترم و دوستان عزیز که قبول زحمت نموده و در جلسه بررسی این پایان‌نامه شرکت نمودند تا از راهنماییهای بی دریغشان استفاده نمایم مراتب سپاس خود را ابراز می‌دارم.

اکبرامینی

فهرست مطالب

عنوان	صفحه
فصل اول: مقدمه	
۱- مقدمه	۱
فصل دوم: مروری بر منابع مطالعاتی	
۲-۱- مکانیزمهای چقرمه کننده	۳
۲-۱-۱ چقرمه کردن توسط استحاله	۳
۲-۱-۲ چقرمه کردن توسط ریزترک	۸
۲-۱-۳ چقرمه کردن توسط انحراف ترک	۱۱
۲-۱-۴ چقرمه کردن در اثر ایجاد تنشهای فشاری در سطح	۱۳
۲-۱-۵ سایر مکانیزمهای چقرمه کننده	۱۵
۲-۱-۶ مقایسه مکانیزمها	۱۵
۲-۲- ریزساختار و خواص مکانیکی آلومینا- زیرکونیا	۱۷
۲-۲-۱ آلومینا و زیرکونیای تثبیت نشده (منوکلینیک)	۱۸
۲-۲-۲ آلومینا با فاز پخش شده PSZ	۲۴
۲-۲-۳ آلومینا با آگلومره های PSZ	۲۶
۲-۲-۴ ساختار دوتایی آلومینا- زیرکونیا	۲۶
۲-۲-۵ مقایسه چهار ساختار	۳۰
۲-۳- روشهای ساخت سرامیکهای ZTA	۳۱
۲-۳-۱ روشهای تهیه پودر	۳۱
۲-۳-۱-۱ اختلاط مکانیکی	۳۱
۲-۳-۱-۲ فرایندهای سل- ژل	۳۱
۲-۳-۱-۳ تعلیق- انعقاد	۳۱
۲-۳-۱-۴ فرایندهای CVD	۳۲
۲-۳-۱-۵ اکسیداسیون هیدروترمال	۳۳
۲-۳-۱-۶ سایش گلوله های زیرکونیایی	۳۳
۲-۳-۲ روشهای شکل دهی	۳۴

۳۵	۲-۳-۳- زینترینگ
۳۸	۲-۴- منحنی R و خواص حرارتی
۳۸	۲-۴-۱- منحنی R
۳۹	۲-۴-۲- خواص حرارتی [۲]
۳۹	۲-۴-۲-۱- تنشهای حرارتی
۴۱	۲-۴-۲-۲- پارامترهای شوک حرارتی
۴۵	۲-۴-۲-۳- اثر اندازه بر شوک پذیری
۴۶	۲-۴-۳- شوک پذیری سرامیکهای ZTA
		فصل سوم: خصوصیات مواد اولیه و ساخت نمونه‌ها
۵۵	۳-۱- مشخصات پودرها
۵۷	۳-۲- توزیع اندازه دانه
۵۸	۳-۳- آماده سازی ترکیب
۵۹	۳-۴- شکل دهی و زینترینگ
۶۰	۳-۵- مشاهدات و بحث
		فصل چهارم: بررسی خواص نمونه‌های ساخته شده
۶۱	۴-۱- تعیین درصد تترراگونال باقیمانده
۶۴	۴-۲- دانسیته
۶۵	۴-۳- استحکام خمشی و مقاومت شوک حرارتی
۷۰	۴-۴- سختی و چقرمگی
۷۴	۴-۵- مطالعه ریز ساختاری
۸۲	۴-۶- بحث و مشاهدات
		فصل پنجم: نتیجه گیری و پیشنهاد
۸۵	۵-۱- نتیجه گیری
۸۷	۵-۲- پیشنهاد
۸۸	ضمیمه
۹۵	مراجع

فهرست تصاویر

عنوان

صفحه

- ۲-۱ مکانیزم چقرمگی استحاله ۵
- ۲-۲ استحاله منوکلینیک - تتراگونال ۶
- ۲-۳ دوقلویی های مارتنزیتی ایجاد شده در اثر استحاله ذرات ZrO_2 در زمینه آلومینا، ۶
- ۲-۴ تغییر چقرمگی با شکل و اندازه نسبی ذره ۷
- ۲-۵ منحنی تنش - کرنش برای یک ماده میکروترک دار شده ۱۰
- ۲-۶ اثر منطقه واکنش جلوی ترک، روی چقرمگی ۱۰
- ۲-۷ شماتیک چرخش یک ترک بین ذرات میله ای شکل ۱۲
- ۲-۸ اثر ذرات میله ای شکل روی بزرگی چقرمگی ۱۲
- ۲-۹ اثر ذرات منوکلینیک روی چقرمگی ZnO ۱۳
- ۲-۱۰ الف - نمایش یک مقطع از سطح آزاد ۱۴
- ۲-۱۰ ب - تغییرات مقدار فاز منوکلینیک از سطح به عمق ۱۴
- ۲-۱۱ استحکام شکست و چقرمگی آلومینا با نسبت حجمی زیرکونیا ۱۸
- ۲-۱۲ تغییرات مدول یانگ در ترکیبات ZrO_2 - Al_2O_3 عملیات حرارتی شده در مقایسه با نمونه مرجع ۲۰
- ۲-۱۳ استحکام سه نقطه ای آلومینا باتک کریستالهای زیرکونیا ۲۲
- ۲-۱۴ تغییرات استحکام شکست و چقرمگی آلومینا با نسبت حجمی زیرکونیا در اندازه ذرات متفاوت ۲۳
- ۲-۱۵ ارتباط چقرمگی با درصد حجمی افزودنی PSZ ساخته شده بروش پرس داغ ۲۵
- ۲-۱۶ شماتیک مکانیزم چقرمگی در یک سرامیک با ساختار دوجزئی با استفاده از ذرات آگلومره شده زیرکونیا ۲۷
- ۲-۱۷ ریز ساختار آلومینای چقرمه شده با آگلومره های زیرکونیا ۲۷
- ۲-۱۸ سطح شکست زمینه آلومینا که با آگلومره های زیرکونیا چقرمه شده است (توسط SEM) ۲۸
- ۲-۱۹ سطح پولیش شده یک آلومینا که با آگلومره های زیرکونیا چقرمه شده ۲۸
- ۲-۲۰ رشد اندازه دانه آلومینا با افزایش دانسیته ۳۶
- ۲-۲۱ تأثیر MgO روی دانسیته ZTA و اندازه دانه آلومینا ۳۷

- ۲۲-۲۲ استحکام خمشی نمونه‌های ZTA با دو نحوه زینتر متفاوت ۳۷
- ۲۳-۲۳ شماتیک منحنی R و اشکال منطقه واکنش مرتبط با آن. ۳۸
- ۲۴-۲۴ ایجاد تنش ماکزیمم در یک استوانه بهنگام شوک حرارتی بصورت تابعی از مدول بایوت. ۴۳
- ۲۵-۲۵ تأثیر ضخامت نمونه روی اختلاف دمای بحرانی (ΔT_c) ۴۷
- ۲۶-۲۶ رفتار شوک پذیری یک آلومینایی متراکم ۴۷
- ۲۷-۲۷ رفتار شوک پذیری یک آلومینا با ۵٪ تخلخل (منحنی بالایی) و یک نسوز آلومینایی (منحنی پایینی) ۴۸
- ۲۸-۲۸ بستگی تخلخل به نرخ خوردگی سرباره در یک نسوز آلومینا بالا ۴۸
- ۲۹-۲۹ میزان انحراف (از حالت خطی) مدول الاستیک در دوروش تست (A) کششی، (B) فشاری ۴۹
- ۳۰-۲۹ تغییرات MOR ترکیب آلومینا - زیرکونیا پس از کونچ در آب از دماهای مختلف ۴۹
- ۳۱-۲۹ منحنی R ترکیب آلومینا - زیرکونیا ۵۰
- ۳۲-۲۹ ریزنگار نوری (a) زیرکونیای منوکلینیک پلی کریستال و (b) تک کریستال بادلیت ۵۱
- ۳۳-۲۹ توزیع اندازه ذرات زیرکونیای منوکلینیک پلی کریستال (خط چین) و تک کریستالهای بادلیت (خط پر) ۵۰
- ۳۴-۲۹ رفتار شوک پذیری سه ترکیب آلومینای خالص، AB10 و AS8 ۵۲
- ۳۵-۲۹ تغییرات مورفولوژی ترک با افزایش ΔT ۵۲
- ۳-۱ توزیع اندازه ذرات پودرهای مصرفی ۵۷
- ۴-۱ تغییرات شدت پیک‌های مربوط به صفحات تتراگونال و منوکلینیک برای ترکیبات ۶۳
- ۴-۲ نحوه تعیین استحکام خمشی رینگ توسط دستگاه استحکام سنج مکانیکی ۶۶
- ۴-۳ تغییرات استحکام خمشی رینگ برحسب درصد حجمی زیرکونیا ۶۵
- ۴-۴ الف - تغییرات استحکام ترکیبات مختلف گروه m در اثر شوکهای حرارتی (تفاضل دما) ۶۷
- ۴-۴ ب - تغییرات استحکام ترکیبات مختلف گروه t در اثر شوکهای حرارتی (تفاضل دما) ۶۸
- ۴-۵ درصد استحکام باقی‌مانده برحسب درصد حجمی زیرکونیا برای تفاضل دمای ۳۰۰ و ۵۰۰ درجه سانتیگراد در دو گروه ترکیبی ۶۹
- ۴-۶ الف - درصد استحکام باقی‌مانده در اثر اعمال شوکهای حرارتی مختلف برای گروه m ۶۹
- ۴-۶ ب - درصد استحکام باقی‌مانده در اثر اعمال شوکهای حرارتی مختلف برای گروه t ۶۹
- ۴-۷ تغییرات سختی و یکرز برحسب درصد حجمی زیرکونیا ۷۰
- ۴-۸ الف - اثر ویکرز و ترکهای حاصل از نفوذ در آلومینای خالص ($\times 50$) ۷۱

- ۷۲..... ۹-۴ الف - ترک انتشار یافته از گوشه اثر نفوذ کننده ویکرز در آلومینای خالص (۲۰۰×)
- ۷۳..... ۱۰-۴ تغییرات چقرمگی نسبت به درصد حجمی زیرکونیا برای دو گروه ترکیبی
- ۷۵..... ۱۱-۴ ریز ساختار ترکیبات ساخته شده که در 1450°C بمدت ۲۰ دقیقه اچ حرارتی شده‌اند.
- ۸۴..... ۱۲-۴ تغییرات R نسبت به درصد حجمی زیرکونیا برای هر دو گروه ترکیبی
- ۸۸..... ۱- الف - استحکام خمشی سه نقطه‌ای
- ۸۹..... ۲- اندازه گیری استحکام توسط رینگ
- ۹۰..... ۳- اندازه گیری استحکام توسط نیم رینگ
- ۹۱..... ۴- میله شیاردار برای اندازه گیری چقرمگی K_{Ic}
- ۹۲..... ۵- حالت‌های مختلف نمونه با شیار نوک پیکانی
- ۹۴..... ۶- نحوه تشکیل و توزیع ترک در اثر نفوذ هرم ویکرز

فصل اول

مقدمه

۱- مقدمه:

آلومینا بدلیل داشتن خواص فیزیکی و شیمیایی نسبتاً خوب به عنوان یکی از با اهمیت ترین و کاربردی ترین مواد سرامیکی مطرح شده است. استحکام مکانیکی بالا، خنثی بودن شیمیایی و بنابراین خوردگی بسیار کم در برابر اسیدها و مقاوم در برابر بازها و نیز دیرگدازی بالای آن از مهمترین خواص آن است بطوریکه ابتدا در صنعت نسوز جایگاه ویژه ای پیدا نمود و پس از آن بدلیل عایق الکتریکی بودن و داشتن هدایت حرارتی نسبتاً زیاد توانست به عنوان یک سرامیک مهندسی مطرح شود که اولین کاربردهای آن شمع اتومبیل و کاربردهای جدیدتر آن زیرپایه (Substrate) می باشد [۱].

آلومینا بدلیل داشتن ضریب انبساط حرارتی بالا ($\alpha = 7 \times 10^{-6} (R.T) 1/^\circ C$) دارای خواص شوک پذیری پایین می باشد ($R = 200^\circ C$) لذا بهبود این خاصیت می تواند حوزه کاربردهای آلومینا را وسیعتر نماید. یکی از تکنیکهایی که توسط Claussen در سال ۱۹۷۶ مطرح گردید استفاده از زیرکونیا در آلومینا است. در این روش علاوه بر بهبود خواص شوک پذیری خواص مکانیکی (استحکام شکست و چقرمگی شکست) نیز بهبود می یابد [۲ و ۴].

این ترکیبات که به بنام ZTA (آلومینای تقویت شده با زیرکونیا) معروف هستند قادرند به چقرمگی بیش از $3 MPa.m^{1/2}$ برسند. این خاصیت ویژه شدیداً وابسته به ریز ساختار است که در کاربردهای خاص بوسیله فرایندهای تهیه پودر و متراکم سازی (زینترینگ) قابل کنترل است [۱۲].

بر طبق دیاگرام فازی $Al_2O_3 - ZrO_2$ افزودن زیرکونیا به آلومینا هیچگونه محلول جامدی را ایجاد نمی کند لذا ایندو در کنارهم بصورت دوفاز مجزا قرار خواهند گرفت.

حضور ذرات زیرکونیا در زمینه آلومینا بصورت یک فاز ثانویه شرایطی را فراهم می کند که مانع از انجام استحالتهای تتراگونال به منوکلینیک می گردد و به عبارت دیگر فاز نیمه پایدار تتراگونال به هنگام سرد کردن در پروسه ساخت باقی می ماند [۳].

انبساط حجمی و کرنش برشی که هنگام استحاله مارتنزیتی $m \rightarrow t$ حادث می شود مکانیزمهای مختلف چقرمگی از قبیل: استحاله القاء شده از سوی تنش (SITT)، ریز ترک (MT)، تنشهای فشاری سطح (CSS) و انحراف ترک (CD) را بوجود می آورد [۶].

باتوجه به نوع کاربرد یکی از این مکانیزمها کنترل کننده خواهد بود و دستیابی به ساختاری که مکانیزم چقرمه کننده مورد نظر را القاء نماید روشهای ویژه ای را می طلبد به عنوان مثال مکانیزم تنشهای فشاری با استفاده از تکنیکهای آسیاب، سایش و ضربه حاصل می شود در صورتیکه مکانیزم انحراف ترک حضور یک فاز متمایز نسبت به زمینه با صلبیت بیشتر را نیاز دارد.

نکته قابل توجه در اغلب مکانیزمها ضرورت وجود فاز نیمه پایدار تتراگونال در سرامیک ساخته شده می باشد اما درصد فاز تتراگونال (نسبت به کل زیرکونیای مصرفی) در ساختارهای مختلف متفاوت می باشد. پایدار ماندن فاز تتراگونال به هنگام سرد شدن به عوامل متعددی بستگی دارد که از آن جمله می توان به نحوه پخش ذرات زیرکونیا درون یک زمینه سرامیکی اشاره نمود، چنانچه ذرات زیرکونیا توسط دانه های زمینه مورد نظر بخوبی محاصره شود، فشار حاصل از دانه های زمینه مانع از تبدیل ذرات تتراگونال می گردد. اما استفاده از پایدار کننده ها که عمده ترین آنها CaO ، MgO ، Y_2O_3 و CeO_2 است امکان پایدار سازی فاز تتراگونال و حتی مکعبی را بدون دخالت فشار زمینه در دمای اتاق میسر می سازد [۴].

انتظار می رود که هر ساختار با یک مکانیزم چقرمه کننده غالب دارای خواص ویژه ای نیز باشد که با تحقیقات زیادی به اثبات رسیده است به عنوان مثال قطعاتی که با مکانیزم استحاله چقرمه شده اند دارای استحکام خمشی بالا و قطعاتی که با مکانیزم ریز ترک چقرمه شده اند دارای خواص شوک پذیری مناسبی می باشند [۳].

فصل دوم

مروری بر منابع مطالعاتی

۱-۲- مکانیزمهای چقرمه کننده

یک اثر مهم فلزات توسعه منطقه پلاستیک در نوک ترک است که این اثر در مواد ترد (سرامیکها) بهنگام انتشار ترکهای تیز اتفاق نمی افتد. اما با استفاده از رفتار مواد و نیز ایجاد یک ریزساختار مناسب می توان از پیشرفت ترک با کاهش انرژی آن جلوگیری کرد. یکسری از این تکنیکها عبارتند از:

- چقرمه کردن در اثر انبساط حجمی و کرنش برشی، که از استحاله تتراگونال به مونوکلینیک در ترکیبات حاوی زیرکونیا بدست می آید.
- چقرمه کردن در اثر انحراف ترک توسط فاز ثانویه، که عمدتاً ویسکرهاى توزیع شده در ساختار است.
- چقرمه کردن در اثر نفوذ ترک در یک فاز نرم، مانند ترکیب Al_2O_3/Al که K_{IC} بالایی حدود $25 \text{ MPa.m}^{1/2}$ را بدست می دهد [۱].

باتوجه به تکنیکهای فوق مکانیزمهای چقرمه کننده توسط محققین بررسی شده و عامل چقرمه کننده بخوبی آنالیز شده است که برخی از این مکانیزمها به اختصار توضیح داده خواهد شد.

۱-۱-۲ چقرمه کردن توسط استحاله

سرامیکهای چقرمه شده در اثر استحاله مهم ترین گروه سرامیکهای چقرمه است، که در آن تنها زیرکونیا (بعضاً زیرکونیا - هافنیا) به عنوان فاز استحاله کننده می باشد. ثابت شده است که استحاله مارتنزیتی تتراگونال به مونوکلینیک در میدان تنشی شدید نوک ترک، توسط القاء تنش انجام شده و باعث بهبود خواص چقرمگی زیرکونیا و سایر سرامیکها از قبیل آلومینا می گردد [۲].

استحاله فازی حاصل، انبساط حجمی حدود ۴ درصد و کرنش برشی حدود ۶ درصد دارد که منجر به ایجاد یک تنش فشاری شده و از انتشار بیشتر ترک جلوگیری می کند [۳].

یکی از مدلهایی که بخوبی این مکانیزم را توضیح می دهد توسط Evans و همکارانش بررسی شده است که در آن چقرمه شدن در اثر استحاله بصورت یک فرایند سپر ترک^(۱) در نظر گرفته شده است [۴].