

بررسی خواص مکانیکی سرامیکهای Al_2O_3 -nanoSiC تولید شده به روش پرس گرم در دماهای مختلف زینتر

علیرضا مرادخانی کارشناس ارشد مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، گروه مهندسی مکانیک، تهران
 حمیدرضا بهاروندی دانشیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد، تهران
 مهدی تاجداری استاد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، گروه مهندسی مکانیک، اراک
 حافظ احمدی پژوهشگر مرکز تحقیقات کامپوزیت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

چکیده

آلومینا (Al_2O_3) با داشتن خواص عالی مانند سختی بالا، دارای معایبی مانند چقرمگی شکست کم می‌باشد و با محدوده گسترده‌ای از انواع افزودنی‌ها همچون نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC)، برای بهبود خواص مکانیکی و فیزیکی به زمینه آلومینا اضافه می‌شود. در مقاله حاضر مقادیر مختلف نانوذرات کاربید سیلیسیم شامل ۲.۵، ۵، ۷.۵، ۱۰ و ۱۵٪ حجمی با پودر آلومینا حاوی ۰.۰۵٪ وزنی نانوآکسید منیزیم مخلوط گردید. ترکیب پودرها در آسیاب پرنرزی و در محیط ایزوپروپانول حاوی گلوله‌های کاربید تنگستن (WC) انجام شد. ترکیب حاصل خشک شده و با استفاده از پرس سرد شکل‌دهی گردید. قطعات خام حاصل با پرس گرم در قالب گرافیتی و اتمسفر آرگون و در دماهای ۱۶۰۰، ۱۶۵۰، ۱۷۰۰ و ۱۷۵۰ درجه سلسیوس و در فشار معین تحت زینتر قرار گرفتند. اثر ترکیب افزودنی‌ها به مواد اولیه و دمای زینتر بر خواص فیزیکی و مکانیکی آنها اثر بخش بوده و نتایج حاصل بهبود خواص مکانیکی را با افزایش مقادیر مختلف پودر نانوکاربید سیلیسیم نشان داد.

کلمات کلیدی: سرامیک، نانو کامپوزیت، پرس گرم، آلومینا، کاربید سیلیسیم، خواص مکانیکی

Study of Mechanical Properties of Ceramics Al_2O_3 -nanoSiC with Employ Hot Press in Various Temperatures Sinter

A. R. Moradkhani M.Sc student, Mechanical Engineering, Department of Mechanical Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University
 H. R. Baharvandi Associate Professor, Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran
 M. Tajdari Professor, Department of Mechanical Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University of Arak
 H. Ahmadi Researcher of Research Center of Composite, Malek Ashtar University of Technology, Tehran

Abstract

Alumina (Al_2O_3) with having excellent properties such as high hardness has disadvantages such as low fracture toughness and various types of additives such as nanoscale silicon carbide (SiC) powder can added to Al_2O_3 to improve physical and mechanical properties. In this study, silicon carbide nanoparticles containing 2.5, 5, 7.5, 10 and 15 %volumetric were added to Al_2O_3 powder containing 0.05 %weight magnesium oxide (MgO) nanoparticles. The combined powder was ball-milled in isopropanol using high-purity tungsten carbide (WC) balls in a planetary ball mill. The milled mixtures were dried and compacted by the cold press. Sintering of the powder compacts was carried out the graphite furnace in argon atmosphere and employ hot press method at 1600, 1650, 1700 and 1750°C temperatures and constant pressure. The effect of raw materials composition and temperature of synthesis to the physical and mechanical properties and the results indicate significant increases in mechanical properties with addition nanoscale SiC powder.

Keywords: Ceramic, Nanocomposite, Hot Press, Alumina, Silicon Carbide, Mechanical Properties

۱- مقدمه

دلیل آن این است که شکل‌دهی سرامیک‌ها با هر روش دیگری بسیار مشکل است. با این حال کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی تولید شده به روش پرس گرم دارای کیفیت بسیار برتری هستند که سبب کاهش ناسازگاری حرارتی بین اجزا می‌شود [۷]. پرس گرم مشابه با زینتر است مگر آنکه فشار و دما بطور همزمان اعمال گردد. اعمال تنش فشاری در دمای زینتر، سینتیک چگالش را از طریق تنش تماس بین ذرات و توسط آرایش مجدد مواضع ذرات برای بهبود تراکم تسریع می‌کند. به اثبات رسیده است که انرژی موجود برای چگالش با اعمال فشار در حین زینتر به میزان بیست برابر افزایش می‌یابد [۸]. ماده قالب شاید مهمترین قسمت پرس گرم است. زیرا باید تحمل دما، تنشهای حرارتی گذرا و بارهای بالای پرسکاری گرم را داشته و از نظر شیمیایی نسبت به ماده پرس گرم شونده خنثی باشد.

در نانوکامپوزیت‌های Al_2O_3-SiC هم نانوذرات SiC و هم نانوذرات MgO بر زینتر زمینه آلومینا تأثیر گذار هستند. ذرات SiC در جلوگیری کردن از رشد دانه‌های آلومینا با ممانعت از حرکت مرزدانه‌ها و تقاطع دانه‌ها مؤثر هستند. ولی متأسفانه حضور نانوذرات SiC به کاهش قابل توجه در چگالی بعد از زینتر این نانو کامپوزیت‌ها در مقایسه با آلومینای تک‌جزئی منجر می‌شود. باید ذکر کرد که در نانوکامپوزیت‌های Al_2O_3-SiC با توجه به حضور نانوذرات SiC که تحرک‌پذیری مرزدانه‌ها را پایین می‌آورند، سازوکارهای فعال شده در اثر افزودن MgO نسبت به آلومینای تک‌جزئی پیچیده‌تر هستند [۹]. محققان دریافته‌اند که افزودن مقادیر خیلی کم از MgO می‌تواند منجر به افزایش تراکم‌پذیری Al_2O_3 تا محدوده چگالی نظری شود [۱۰]، [۱۱]. همچنین افزودن MgO به آلومینا خواص زینترپذیری آن را بهبود بخشیده و منجر به تولید آلومینا با ریزساختار کنترل شده می‌شود [۱۲].

در مقاله حاضر علاوه بر بکارگیری افزودنی‌های MgO ، SiC به آلومینا، بر بهبود زینترپذیری آلومینا از روش پرس گرم نیز استفاده شده است. تا به بحث و بررسی نتایج خواص مکانیکی در دماهای مختلف زینتر با معادلات حاکم پرداخت.

۲- مواد، روش ساخت و استانداردهای اندازه‌گیری

هدف از مجموعه آزمایش‌هایی که در ادامه شرح داده می‌شود؛ ساخت قطعات نانوکامپوزیتی سرامیکی Al_2O_3-SiC به روش متالورژی پودر و بررسی خواص مکانیکی و ریز ساختار آنها می‌باشد. مواد اولیه‌ای که جهت ساخت قطعات نانوکامپوزیت استفاده شدند شامل پودر میکرونیزه آلومینا (Al_2O_3)، نانوپودر

آلومینا (Al_2O_3) ماده اولیه سرامیکی است که ضمن داشتن خواص منحصر به فرد فیزیکی و شیمیایی، نسبتاً فراوان و ارزان است. در بین سرامیک‌های صنعتی، آلومینا، قدیمی‌ترین نوع بوده و امروزه جایگاه خود را به عنوان یک ماده صنعتی رایج پیدا کرده است. آلومینا احتمالاً پرمصرف‌ترین سرامیک مهندسی است. گستره‌ی وسیعی از سرامیک‌های Al_2O_3 در مقیاس تجاری در دسترس هستند که استحکام و قابلیت دمایی آنها به میزان اکسید آلومینیوم موجود که معمولاً در محدوده‌ی ۸۵ تا ۹۹ درصد است، بستگی دارد. آلومینا دارای دو فاز اصلی آلفا (α) و گاما (γ) است. فاز آلفا با شفافیت نسبی تک بلور و ساختار هگزاگونال بوده و فاز گاما از بلورهای بی‌رنگ بسیار کوچک با ساختار مکعبی و وزن مخصوص حدود 3.6 gr/cm^3 تشکیل می‌شود. فاز پایدار آلومینا، کوراندوم با ساختار هگزاگونال فشرده از اتمهای اکسیژن می‌باشد که اتمهای آلومینیوم دو سوم فضاهای اوکتاهدرال را پر می‌کنند. طی تبدیلات آلومینا، چندین فاز ناپایدار ایجاد می‌شود که تعداد آنها در مجموع ۱۵ فاز می‌باشد. در نهایت همه فازها در اثر گرمایش به فاز کوراندوم تبدیل می‌شوند که در محیط‌های احیایی و اکسیدی تا دمای 1925°C پایدار می‌باشد [۱] و [۲].

محدوده گسترده‌ای از انواع افزودنی‌ها در جهت بهبود خواص مکانیکی و زینتر را می‌توان به زمینه آلومینا اضافه کرد. یکی از این افزودنی‌ها می‌تواند نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) باشد. افزودن SiC به Al_2O_3 با نسبت بهینه با سازوکارهایی شامل انحراف ترک، پل زدن ترک، استحاله فازی، کاهش نرخ رشد دانه، افزایش استحکام مرزدانه‌ها و تغییر سازوکار شکست از درون دانه‌ای به بین دانه‌ای سبب بهبود خواص مکانیکی قطعه نسبت به آلومینای خالص می‌گردد. البته این افزایش در خواص، در درصدهای معینی از کاربید سیلیسیم رخ داده و در حجم‌های بیشتر از آن حتی ممکن است باعث کاهش خواص نیز بشود. فرآیند ساخت این کامپوزیت نیز از روشهای رایج مانند روش بدون فشار، پرس ایزواستاتیک سرد و یا پرس گرم قابل انجام است. در این میان به طور معمول بالاترین خواص از روش پرس گرم حاصل می‌شود [۳] و [۴].

از طرفی نانومواد دسته‌ای از مواد هستند که در یک یا چند بعد دارای اندازه ابعادی کمتر از 100 nm با نسبت سطح به حجم بسیار بالا می‌باشند که این موضوع باعث حصول خواص مکانیکی، نوری، الکتریکی و مغناطیسی منحصر بفرد آنها می‌شود [۵] و [۶].

پرس گرم نیز رایج‌ترین و شاید یکی از گرانتترین فرایندهای مورد استفاده برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی می‌باشد.

پودر اکسید منیزیم مورد استفاده، حاصل از تجزیه حرارتی اگزالات آمونیم و سولفات منیزیم با اندازه ذرات کمتر از ۱۰۰nm می‌باشد.

ایزوپروپانول مصرفی با فرمول شیمیایی C_3H_7OH و خلوص ۹۹٫۶٪ بوده و در این تحقیق به عنوان محیط آسیاب استفاده شده است. گاز آرگون مصرفی نیز با خلوص ۹۹٫۹۹٪ بوده که برای محیط قالب و با آنالیز شیمیایی زیر مورد استفاده قرار گرفته است.

$O_2 < 2 \text{ ppm}$ $H_2O < 3 \text{ ppm}$

$N_2 < 0.1 \text{ ppm}$ $C_nH_m < 0.1 \text{ ppm}$

برای همگن‌سازی و مخلوط کامل نمونه‌های خام از آسیاب سیاره‌ای استفاده شد. محفظه مورد استفاده در آسیاب سیاره‌ای از نوع فولاد زنگ نزن با جنس دیواره داخلی کاربرد تنگستن که تعداد ۱۷ گلوله کاربرد تنگستن به قطر حدود ۱۷cm درون آن قرار گرفت.

مقدار اکسید منیزیم (MgO) در کلیه نمونه‌ها برابر ۵۰۰ppm نسبت به وزن جامد نمونه بوده است. برای بررسی اثر میزان نانوپودر کاربرد سیلیسیم (nanoSiC) مقادیر مختلف آن شامل صفر، ۲٫۵، ۵، ۷٫۵، ۱۰ و ۱۵ درصد حجمی با ترازیوی با دقت gr ۰٫۰۱ توزین شد. پس از توزین مواد اولیه، سوسپانسیون مخلوط آنها با ایزوپروپانول آماده شده و درون محفظه آسیاب فولادی با دیواره از جنس کاربرد تنگستن (WC) حاوی گلوله‌های کاربرد تنگستن قرار گرفته و با آسیاب سیاره‌ای با سرعت ۱۵۰rpm به مدت سه ساعت همگن گردید. دوغاب حاصل پس از خروج از آسیاب به مدت ۱۸ ساعت در خشک‌کن حرارتی در دمای ۹۰°C قرار گرفت. مقدار ۳۰۰gr از پودر حاصل با استفاده از دستگاه پرس با فشار حدود ۲٫۵MPa (۲۵bar) و زمان نگهداری بار به مدت ۳۰ ثانیه شکل‌دهی شد. قطعات حاصل در دستگاه پرس گرم قرار گرفت و با سرعت حرارت‌دهی ۱۰°C/min در محیط آرگون با قالب گرافیتی تا دماهای ۱۶۰۰، ۱۶۵۰، ۱۷۰۰ و ۱۷۵۰°C به مدت دو ساعت و اعمال همزمان فشار در حد ۳۰MPa مورد عملیات زینتر قرار گرفتند. با پایان یافتن زمان زینتر نمونه‌ها، کوره خاموش شده و اجازه داده می‌شود تا به طور طبیعی تا دمای محیط سرد شود. قطعات حاصل جهت انجام آزمایش‌های مورد نظر برش داده شده و به ابعاد ۴×۳×۶۰mm در آمدند و سطح نمونه‌ها جهت انجام تست سختی با دستگاه پولیش آماده‌سازی شده و با خمیرهای الماسه ۳۰، ۶ و ۱ μm صیقلی شدند.

چگالی و تخلخل نمونه‌ها با روش ارشمیدس و براساس استاندارد ASTM B311 [۱۳]، استحکام خمشی نمونه‌ها براساس

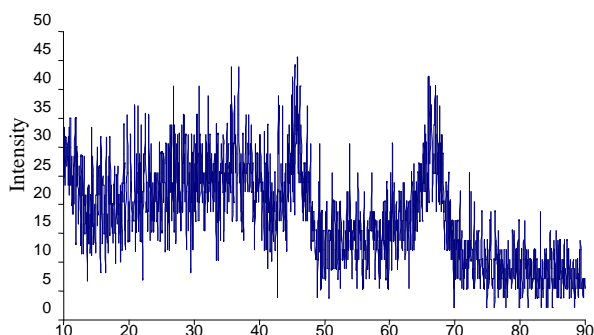
کاربید سیلیسیم (SiC)، نانوپودر اکسید منیزیم (MgO)، محلول ایزوپروپانول و گاز آرگون می‌باشد.

پودر آلومینای مورد استفاده در این آزمایش با خلوص ۹۹٫۶٪ با آنالیز شیمیایی مطابق جدول (۱) دارای ابعاد متوسط کمتر از ۵μm می‌باشد.

جدول ۱- آنالیز شیمیایی پودر میکرونیزه آلومینای اولیه

درصد وزنی	نوع ترکیب
>۹۹٫۶	Al ₂ O ₃
<۰٫۱	Na ₂ O
<۰٫۰۳	Fe ₂ O ₃
<۰٫۰۵	SiO ₂
<۰٫۰۰۵	TiO ₂
<۰٫۰۵	CaO
<۰٫۱	MgO

شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) حاصل از آن را نشان می‌دهد که با جذب زمینه زیاد نشان داده شده است و حاکی از حضور فاز آمورف زیاد در آن است.



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) پودر آلومینا

نانوپودر کاربرد سیلیسیم (SiC) نیز با فاز α -SiC و متوسط ابعاد ۸۰nm می‌باشد. جدول (۲) ترکیب شیمیایی ناخالصی‌های آن را نشان می‌دهد.

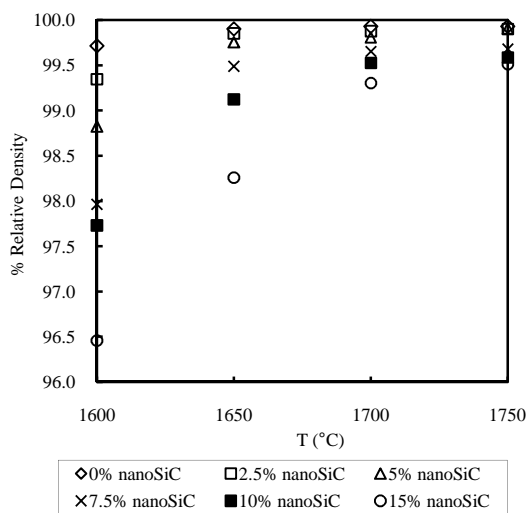
جدول ۲- ترکیب شیمیایی ناخالصی‌های نانوپودر کاربرد سیلیسیم اولیه

درصد وزنی	نوع ترکیب
۰٫۵۸	C آزاد
۰٫۲۲	SiC آزاد
۰٫۰۳	Al
۳٫۵	O

۳- بررسی نتایج

۳-۱ چگالی

چنانچه در شکل (۲) مشاهده می‌شود، چگالی نسبی در نمونه آلومینا بدون افزودن nanoSiC تا ۹۹/۹٪ افزایش یافته است که دستیابی به چنین چگالی بالایی را می‌توان به وجود اکسید منیزیم (MgO) در آن نسبت داد. نظریه بر آن است که MgO با تشکیل محلول جامد سبب کاهش تحرک مرزدانه‌ای می‌شود، بدین ترتیب رشد دانه افراطی به حداقل می‌رسد. همچنین تشکیل اسپینل، کاهش سرعت حرکت مرز دانه‌ها و افزایش تحرک حفره‌ها نیز موجب افزایش چگالی می‌شود. همانطور که در شکل (۲) ملاحظه می‌شود با افزایش درصد حجمی nanoSiC در تمامی دماهای زینتر، درصد چگالی نسبی کاهش می‌یابد. از آنجایی که ذرات nanoSiC تحرک کافی ندارند و در دمای زینتر با آلومینا (Al_2O_3) واکنش نمی‌دهند، تحرک مرزدانه را کاهش داده و مانع چگالش Al_2O_3 می‌شوند. بدین ترتیب با افزودن nanoSiC چگالش آلومینا کمتر شده و چگالی نسبی آن کاهش می‌یابد.



شکل ۲- چگالی نسبی نمونه‌ها

شکل ۳ چگالی نسبی نمونه‌ها بر مبنای دماهای زینتر را نشان می‌دهد. از طرفی دیگر با افزایش نفوذپذیری سطحی و تحرک تخلخل‌ها سبب کاهش تخلخل قطعه می‌گردد. در نتیجه چگالی قطعه طی زینتر افزایش می‌یابد [۲۱]، [۱۲]، [۲۲]، [۲۳]. با افزایش دمای زینتر در تمامی درصدهای حجمی nanoSiC، درصد چگالی نسبی افزایش می‌یابد. افزایش دما سبب افزایش تحرک مرز دانه و در نتیجه چگالش بیشتر آلومینا می‌گردد.

استاندارد ASTM C1161 [۱۴] به روش سه نقطه‌ای، مدول الاستیسیته نمونه‌ها بر پایه استاندارد ASTM C769 [۱۵] و بر اساس تغییرات سرعت صوت در ماده نمونه بدست آمد. با اعمال بار ۹۸ N به مدت ۳۰ ثانیه به وسیله دستگاه سختی‌سنجی تعداد هفت اثر ویکرز بر هر نمونه اعمال شد. سختی نمونه‌ها با روش ویکرز براساس استاندارد ASTM C1327 [۱۶] و چقرمگی شکست نمونه‌ها از طریق روش تست فرورودگی و با استفاده از رابطه‌ی ذیل که توسط مرادخانی و همکارانش [۱۷] ارائه شده است، حاصل شد.

$$K_{IC} = 0.003693 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{1}{2}} t_{Ave}^{\frac{3}{2}} \frac{P}{A^{\frac{3}{2}}} \quad (1)$$

که در آن E مدول الاستیسیته بر حسب (MPa)، Hv سختی ویکرز بر حسب (MPa)، P نیروی اعمالی برای گذاشتن اثر ویکرز بر حسب (N)، A_0 مساحت سطح اثر کل میکروتورک‌های تشکیل یافته در اطراف بخش فرورفته در نمونه (mm^2) و t_{Ave} ضخامت میانگین کل میکروتورک‌های تشکیل یافته در اطراف بخش فرورفته در نمونه بر حسب (mm) می‌باشد [۱۷]. میانگین حاصل از هفت اندازه‌گیری چقرمگی شکست به عنوان چقرمگی شکست نمونه گزارش گردید.

شاخص تردی (B) نمونه‌ها نیز برحسب $(\times 10^{-6} 1/m)$ با استفاده از رابطه مدودفسکی [۱۸] بدست آمد:

$$B = \frac{H \cdot E}{K_{IC}^2} \quad (2)$$

که در آن H سختی ویکرز برحسب (MPa)، E مدول الاستیسیته برحسب (MPa) و K_{IC} چقرمگی شکست نمونه‌ها برحسب $(MPa \cdot m^{1/2})$ می‌باشد.

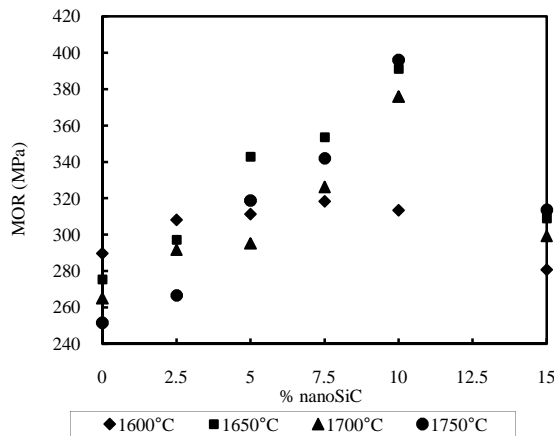
برای بررسی ریزساختار نمونه‌ها با ولتاژ اعمالی ۲۰ KV با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و گرفتن تصاویر با آشکارسازهای الکترون ثانویه (SE) و الکترون‌های پراکنده شده برگشتی (BSE) مورفولوژی سطحی نمونه‌ها و نیز اندازه آنها مورد بررسی قرار گرفت.

همچنین اندازه دانه فاز زمینه آلومینا به روش انقطاع خطی محاسبه گردید. چند تصویر ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به طور تصادفی از سطوح پولیش شده با بزرگنمایی یکسان (M) گرفته شد. متوسط اندازه دانه (G) به صورت (۳) محاسبه می‌شود:

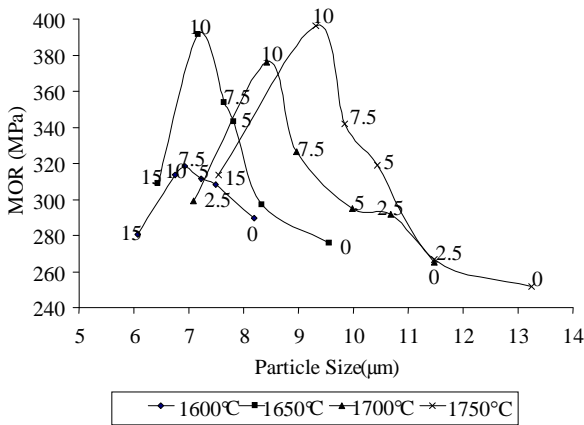
$$G = 1.56 \frac{L}{MN} \quad (3)$$

که در آن L طول خط و N تعداد کل انقطاع خط توسط دانه‌ها می‌باشد. حداقل ۴۰۰ انقطاع برای هر نمونه شمارش می‌شود. [۱۹] و [۲۰].

آن را به افزایش تخلخل و آزاد شدن تنش پسماند درون دانه‌ها نسبت داد [۲۹].



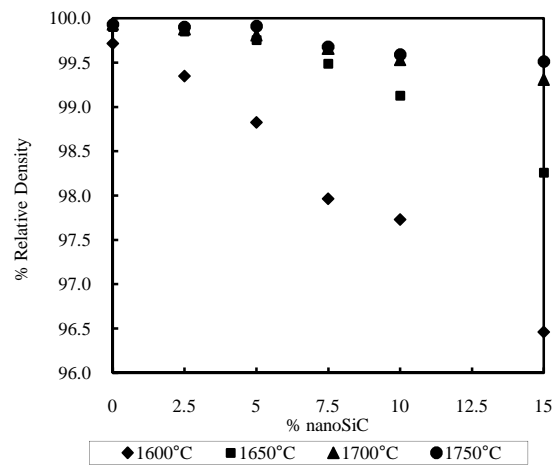
شکل ۴- استحکام خمشی نمونه‌ها



شکل ۵- تغییرات استحکام خمشی نمونه‌ها برحسب اندازه ذرات در دماهای زینتر

افزودن ذرات SiC ضمن جلوگیری از رشد غیر عادی دانه‌ها و کوچک نگهداشتن ابعاد آنها، سبب یکنواختی ساختار خواهد شد که در بهبود خواص مکانیکی از جمله افزایش استحکام خمشی بسیار مؤثر می‌باشد. از طرفی دیگر به دلیل آنکه تنش پسماند حاصل از اختلاف ضریب انبساط حرارتی SiC و Al_2O_3 مرزدهانه‌ها را مستحکم می‌کند، استحکام خمشی افزایش می‌یابد [۳۰].

ضریب انبساط گرمایی آلومینا (Al_2O_3) در محدوده دمایی $1727^{\circ}C$ -۰ در حدود $1/^{\circ}C \times 10^{-6} / 8$ است، در حالی که ضریب انبساط گرمایی کاربید سیلیسیم (SiC) در محدوده دمایی $1700^{\circ}C$ -۰ در حدود $1/^{\circ}C \times 10^{-6} / 4.7$ می‌باشد [۳۰]. در نتیجه به هنگام سرمایش قطعه کامپوزیت آلومینا/ کربید سیلیسیم در کوره پرس گرم پس از انجام عملیات حرارتی، ذرات Al_2O_3 تمایل به انقباض بیشتری نسبت به ذرات



شکل ۳- چگالی نسبی نمونه‌ها بر حسب دماهای زینتر

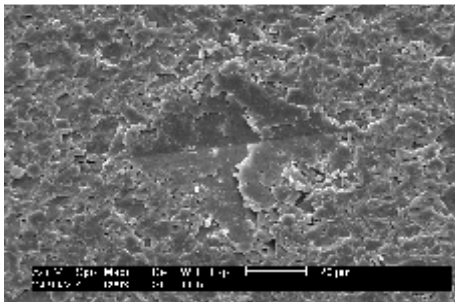
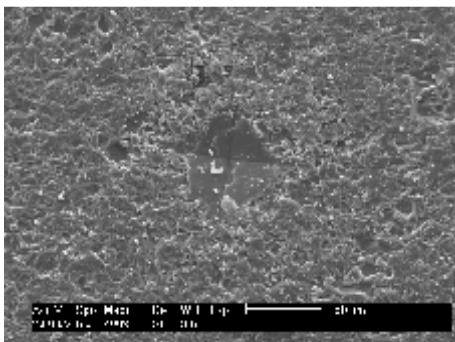
۳-۲- استحکام خمشی

استحکام خمشی آلومینای تک‌جزیی در حدود $370 MPa$ -۳۷۰ [۲]، [۲۴] و [۲۵]. نتایج حاضر در شکل ۴ در مواردی بیش از استحکام خمشی آلومینای تک‌جزیی می‌باشد. بیشترین استحکام مربوط به نمونه‌های حاوی ۱۰ درصد حجمی nanoSiC با دمای زینتر $1650^{\circ}C$ و دماهای بالاتر است که بیانگر افزایش استحکام خمشی آلومینا از $251 MPa$ در نمونه بدون افزودنی nanoSiC تا $396 MPa$ در نمونه زینتر شده در دمای $1750^{\circ}C$ می‌باشد که رشد استحکام خمشی به میزان ۵۷٪ را نشان می‌دهد. به نظر می‌رسد یکنواختی توزیع نانوذرات کربید سیلیسیم در زمینه آلومینا برای دستیابی به استحکام خمشی بالاتر، بسیار اهمیت داشته باشد [۲۶]، [۲۷].

نتایج استحکام خمشی نمونه‌ها بر حسب دماهای مختلف زینتر حاکی از آن است که با افزایش دمای زینتر در نمونه‌ی بدون افزودنی nanoSiC و نمونه با ۲/۵٪ حجمی nanoSiC استحکام خمشی به طور مداوم کاهش می‌یابد. در نمونه‌هایی با ۵٪ حجمی nanoSiC و بیشتر، به دلیل وجود ذرات SiC در ترکیب، و بالا بودن دمای ذوب SiC (در حدود $2670^{\circ}C$) نسبت به دمای ذوب Al_2O_3 (در حدود $2050^{\circ}C$) دمای لازم برای زینتر کامل قطعه عموماً افزایش می‌یابد [۱۵]. در نتیجه افزایش دما تا $1650^{\circ}C$ ، بیش از افزایش اندازه دانه سبب افزایش زینترپذیری قطعه می‌شود؛ بنابراین استحکام خمشی قطعات بیشتر می‌شود. اما با افزایش دما تا $1700^{\circ}C$ ، رشد اندازه دانه در مواردی سبب کاهش استحکام خمشی نمونه می‌گردد [۲۸]. شکل ۵ تغییرات استحکام خمشی نمونه‌ها را برحسب اندازه ذرات در دماهای زینتر مختلف نشان می‌دهد. در نمونه با ۱۵٪ حجمی نانو کربید سیلیسیم استحکام افت می‌یابد که می‌توان

۳-۴- سختی

شکل‌های (۷) و (۸) اثر ویکرز با نیروی ۱۰N بر تعدادی از نمونه‌ها جهت سختی‌سنجی را نشان می‌دهد.

شکل ۷- nanoSiC-2.5% Al₂O₃ در ۱۶۵۰°Cشکل ۸- nanoSiC-5% Al₂O₃ در ۱۷۰۰°C

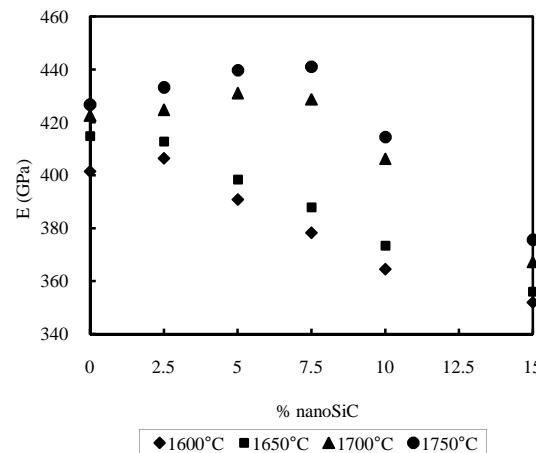
شکل ۹ سختی نمونه‌ها را بیان می‌کند. سختی نمونه‌های زینتر شده در تمامی دماها با افزایش nanoSiC تا ۷.۵ درصد حجمی افزایش می‌یابد. سختی نانوکامپوزیتهای Al₂O₃-SiC تهیه شده به روش پرس گرم در دمای ۱۷۰۰ °C با افزودن ۲۰٪ حجمی ذرات SiC با اندازه ذرات ۸۰۰nm، حداکثر به ۱۸/۹GPa می‌رسد [۱۹]. نتایج حاصل در تحقیق حاضر، مؤید افزایش سختی می‌باشد. با افزایش بیشتر مقدار nanoSiC از ۱۰٪ حجمی، تخلخل بیشتر شده و چگالی کاهش می‌یابد، که سبب کاهش سختی می‌گردد. از طرفی دیگر آگلومراسیون ذرات nanoSiC بیشتر شده و یکنواختی توزیع آنها در زمینه آلومینایی کمتر می‌شود، در نتیجه سختی افت می‌یابد. همچنین با افزایش درصد nanoSiC در کامپوزیت، بر تنش پسماند حاصل از اختلاف انبساط گرمایی SiC و Al₂O₃ افزوده می‌شود تا اینکه آزاد شده و موجب ایجاد ریزترک در nanoSiC می‌گردد، در نتیجه سختی افت پیدا می‌کند [۲۹].

SiC دارند که این امر سبب ایجاد تنش فشاری بر ذرات nanoSiC موجود در مرزخانه می‌شود که نتیجه‌ی آن، افزایش مقاومت مرزخانه به لغزش خواهد بود. بدین ترتیب استحکام قطعه با افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم افزایش می‌یابد [۳۱]. بنظر می‌رسد با افزایش مقدار nanoSiC ضمن ایجاد تخلخل بیشتر و کاهش چگالی، آگلومراسیون ذرات nanoSiC افزایش یافته و یکنواختی توزیع آنها در زمینه آلومینایی کمتر می‌شود، در نتیجه استحکام خمشی کاهش می‌یابد. از طرفی دیگر با افزایش درصد nanoSiC در کامپوزیت، بر تنش پسماند حاصل از اختلاف انبساط گرمایی SiC و Al₂O₃ افزوده می‌شود تا اینکه آزاد شده و موجب ایجاد ریزترک در nanoSiC می‌گردد، در نتیجه استحکام کاهش می‌یابد [۲۹].

۳-۳- مدول الاستیسیته

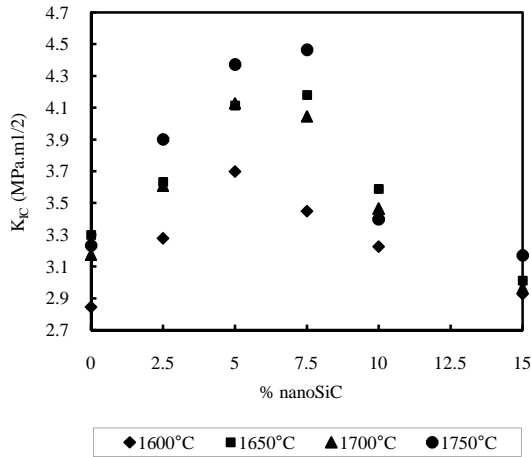
مدول الاستیسیته آلومینای تک‌جزیی گزارش شده در مراجع در حدود ۳۴۰-۴۰۰GPa می‌باشد [۲]، [۲۴] و [۳۲]. نتایج بدست آمده در شکل ۶ مربوط به نمونه‌های بدون افزودنی در محدوده ۴۰۱-۴۲۶GPa بیش از مدول الاستیسیته آلومینای تک‌جزیی می‌باشد. این امر می‌تواند به دلیل پرس گرم نمونه‌ها باشد که چگالی را نزدیک به چگالی نظری می‌رساند. با ملاحظه شکل ۶ می‌توان دریافت که مدول الاستیسیته نمونه‌های زینتر شده در دماهای ۱۷۰۰°C و ۱۷۵۰°C تا ۷/۵ درصد حجمی nanoSiC روند صعودی داشته و پس از آن کاهش می‌یابد. افزایش مدول الاستیسیته را با افزودن nanoSiC می‌توان به مدول الاستیسیته بالای کاربید سیلیسیم نسبت آلومینا نسبت داد [۳۳].

آنچنان که از شکل بر می‌آید، مدول الاستیسیته در تمامی ترکیب‌ها با افزایش دما، بیشتر می‌شود که می‌تواند به دلیل انجام زینتر کامل ذرات باشد. با زینتر کامل، تخلخل نمونه‌ها کمتر شده و سرعت صوت در آن بیشتر می‌شود که سبب بهبود مدول الاستیسیته خواهد شد [۳۳].



شکل ۶- مدول الاستیسیته نمونه‌ها

کاهش چقرمگی شکست با افزایش دما را می‌توان به افزایش اندازه دانه‌ها نسبت داد و از طرف دیگر افزایش چقرمگی شکست به واسطه افزایش دما می‌تواند به دلیل کاهش عیوب و حفرات منشأ ترک باشد [۲۸]، [۳۳] و [۳۴].

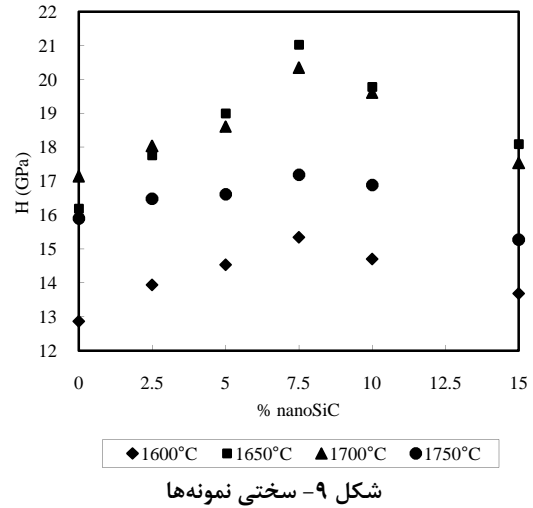


شکل ۱۱- چقرمگی شکست نمونه‌ها

۳-۶- شاخص تردی

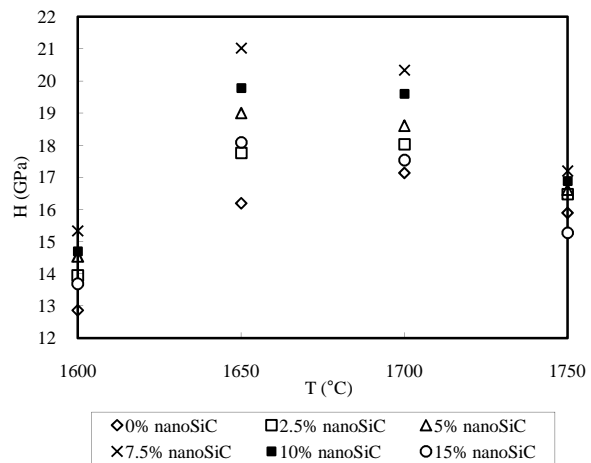
شاخص تردی (B) نیز در محدوده $380-732 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{m}^3$ است که بیش از شاخص تردی قطعات آلومینا-مولایت با حدود $408-452 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{m}^3$ و آلومینا-زیرکونیا با حدود $221-347 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{m}^3$ می‌باشد [۱۸]. در شکل (۱۲) شاخص تردی نمونه‌ها برحسب دمای زینتر در درصدهای حجمی مختلف nanoSiC آمده است. با ملاحظه آن مشخص است که افزایش دما در مقادیر کمتر از ۷/۵٪ حجمی nanoSiC سبب کاهش تردی نمونه شده و در مقادیر بیشتر nanoSiC با کاهش دما تا 1700°C تردی افزایش یافته و پس از آن همراه با کاهش مدول الاستیسیته و سختی، شاخص تردی نیز کمتر می‌شود.

نتایج شاخص تردی نمونه‌ها برحسب دماهای مختلف زینتر حاکی از آن است که با افزایش دما، شاخص تردی تا حدود ۵٪ حجمی nanoSiC کاهش یافته و از آن به بعد با افزایش روبرو است که بیانگر تغییرات مدول الاستیسیته، سختی و چقرمگی شکست در درصدهای مختلف نانو کاربرد سیلیسیم می‌باشد.



شکل ۹- سختی نمونه‌ها

با ملاحظه شکل ۱۰ برمی‌آید که با افزایش دمای زینتر تا 1650°C سختی در نمونه‌ها افزایش می‌یابد که می‌تواند به دلیل تکمیل زینتر ذرات باشد [۲۹] و [۲۸].

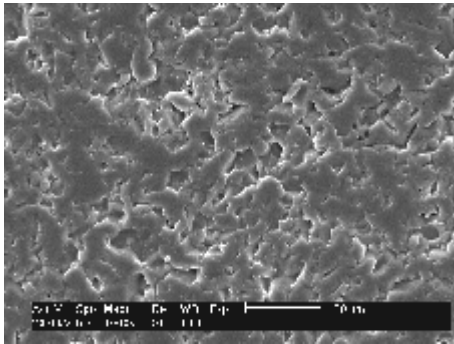


شکل ۱۰- سختی نمونه‌ها بر حسب دمای زینتر

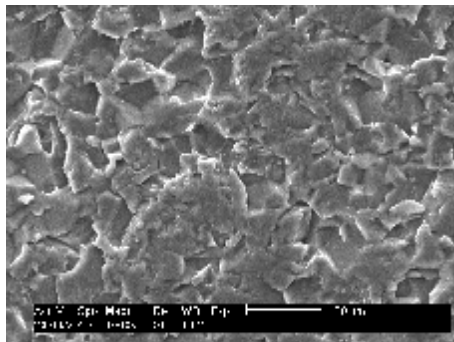
۳-۵- چقرمگی شکست

چقرمگی شکست نانوکامپوزیتهای آلومینایی با افزودن SiC در محدوده $3-4/5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ گزارش شده است [۲]، [۲۴]. نتایج حاصل در شکل (۱۱) نیز در این محدوده قرار دارند. بنابر آزمایش‌های پیرز ریگوریو و همکارانش [۱۹] با زینتر نمونه‌های آلومینایی با افزودن ۲۰٪ حجمی ذرات SiC با اندازه ذرات ۸۰۰nm به روش پرس گرم و در دمای 1700°C چقرمگی شکست نمونه‌ها برابر $3/7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ بدست آمد.

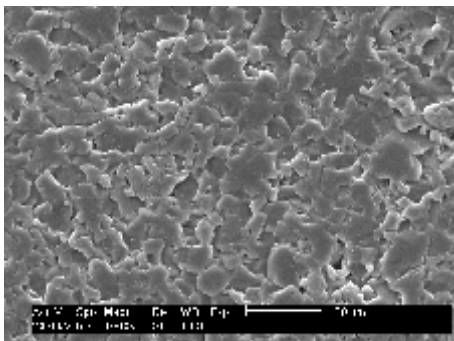
نتایج چقرمگی شکست نمونه‌ها بر حسب دماهای مختلف زینتر حاکی از آن است که با افزایش دمای زینتر تا 1650°C و به دلیل تکامل زینتر نمونه‌ها افزایش می‌یابد. افزایش بیشتر دما سبب تغییرات جزئی در چقرمگی شکست نمونه‌ها خواهد شد.



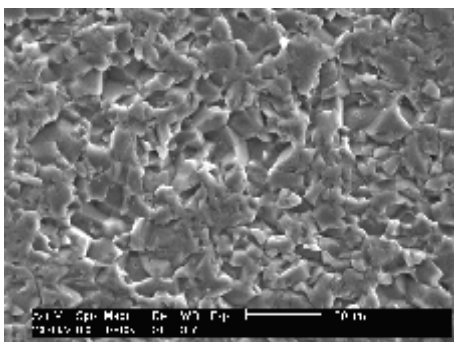
شکل ۱۵- Al₂O₃-7.5nanoSiC در ۱۶۵۰°C



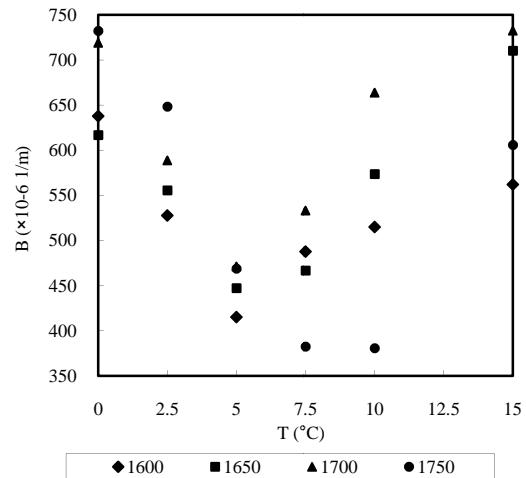
شکل ۱۶- Al₂O₃-7.5nanoSiC در ۱۷۵۰°C



شکل ۱۷- Al₂O₃-15nanoSiC در ۱۶۵۰°C



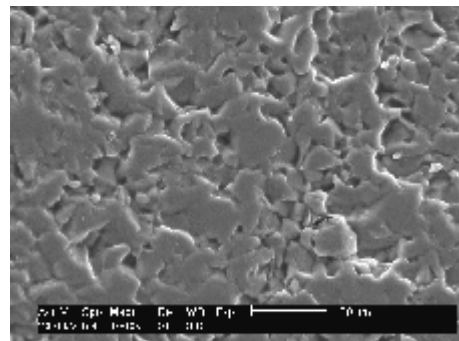
شکل ۱۸- Al₂O₃-15nanoSiC در ۱۷۵۰°C



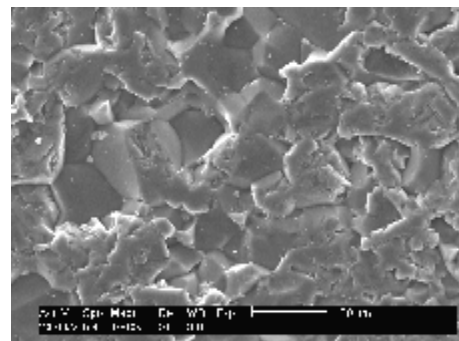
شکل ۱۲- شاخص تردی نمونه‌ها

۷-۳- بررسی ریزساختار و تغییرات اندازه دانه نمونه‌ها

شکل‌های ۱۳ تا ۱۸ ریزساختار برخی نمونه‌های زینتر شده در دماهای مختلف را توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود، افزایش درصد حجمی nanoSiC در همه نمونه‌ها، مانع رشد افراطی دانه‌های آلومینا می‌شود. از طرفی دیگر، با افزایش دمای زینتر، اندازه دانه‌های آلومینا بزرگتر می‌شود.



شکل ۱۳- Al₂O₃-۱۳ در ۱۶۵۰°C



شکل ۱۴- Al₂O₃-۱۴ در ۱۷۵۰°C

متوسط اندازه دانه‌ی نمونه‌ها برحسب درصد حجمی nanoSiC در دماهای زینتر مختلف در شکل ۱۹ ترسیم شده است. با افزایش درصد حجمی nanoSiC در نمونه‌ها، در همه‌ی دماها

نمونه حاوی ۱۰٪ حجمی nanoSiC می‌رسد که رشد ۵۷٪ را نشان می‌دهد.

(۴) با افزودن nanoSiC تا ۱۰٪ حجمی، استحکام خمشی نمونه‌ها افزایش می‌یابد اما پس از آن با کاهش استحکام مواجه خواهیم شد.

(۵) با افزایش دمای زینتر در نمونه‌ی بدون افزودنی nanoSiC و نمونه با ۲٫۵ درصد حجمی nanoSiC استحکام خمشی به طور مداوم کاهش می‌یابد. در نمونه‌هایی با پنج درصد حجمی nanoSiC و بیشتر، با افزایش دما تا 1650°C ، استحکام خمشی قطعات بیشتر شده و در دمای 1700°C استحکام خمشی کاهش یافته و در دمای 1750°C افزایش پیدا می‌کند.

(۶) مدول الاستیسیته نمونه‌ها در محدوده ۴۰۱-۴۲۶GPa می‌باشد که با افزودن nanoSiC مدول الاستیسیته نمونه‌های زینتر شده در دماهای 1700°C و 1750°C تا ۷٫۵ درصد حجمی nanoSiC روند صعودی داشته و پس از آن کاهش می‌یابد.

(۷) کمترین عدد سختی مربوط به نمونه آلومینایی بدون افزودن نانو کاربید سیلیسیم در دمای زینتر 1600°C با مقدار حدود ۱۲GPa می‌باشد که با افزایش دمای زینتر تا 1700°C و افزودن ۷٫۵٪ حجمی nanoSiC با افزایش ۶۳٪ به حداکثر مقدار خود در حدود ۲۱GPa می‌رسد.

(۸) با افزودن درصد حجمی نانو کاربید سیلیسیم چقرمگی شکست نمونه‌ها تا حدود ۷٫۵٪ حجمی نانو کاربید سیلیسیم افزایش می‌یابد به طوری که از $2/846\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ برای نمونه‌ی بدون nanoSiC زینتر شده در دمای 1600°C به $4/463\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ برای نمونه حاوی ۷٫۵٪ حجمی nanoSiC با دمای زینتر 1750°C می‌رسد. با افزودن بیشتر nanoSiC چقرمگی شکست کاهش می‌یابد.

سپاسگزاری‌ها

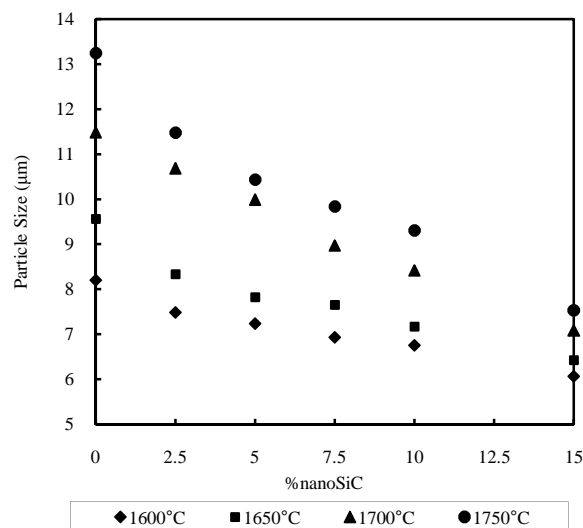
بدین وسیله از مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر بخاطر تقبل هزینه‌های انجام این پژوهش کمال تشکر و قدردانی می‌شود.

مراجع

- [1] Sadlej, K., Wajnryb, E., Ekiel-Jezewska, M. L., Lamparska, D. Kowalewski, T. A. "Dynamics of Nanofibres Conveyed by Low Reynolds Number Flow in a Microchannel", Int. J. Heat and Fluid Flow, Vol. 31, Issue 6, pp. 996-1004, 2010.
- [2] Smith, J. "Technical Publication", McGraw-Hill Books Co., New York, 1990.
- [3] Wang H.Z., Gao L., Guo J.K., "The Effect of Nanoscale SiC Particles on the Microstructure of

اندازه دانه کاهش یافته است که می‌تواند به عدم واکنش ذرات nanoSiC با زمینه آلومینا در دماهای زینتر و اثر ذرات nanoSiC بر کاهش تحرک مرزانه‌ها نسبت داده شود [۳]، [۱۲] و [۳۵].

نتایج اندازه دانه نمونه‌ها برحسب دماهای مختلف زینتر حاکی از آن است که با افزایش دما در همه ترکیب‌ها اندازه دانه رشد داشته است. البته با افزودن ذرات nanoSiC شیب افزایش اندازه دانه کمتر شده به طوری که بیشترین افزایش اندازه دانه مربوط به نمونه بدون افزودن nanoSiC در حدود ۶۱٪ و کمترین آن برای نمونه دارای ۱۵٪ حجمی nanoSiC در حدود ۲۴٪ می‌باشد.



شکل ۱۹- متوسط اندازه دانه نمونه‌ها

۴- نتیجه گیری

(۱) چگالی نسبی در نمونه آلومینا با داشتن MgO بدون افزودن nanoSiC تا ۹۹٫۹٪ افزایش یافته است که با افزایش درصد حجمی nanoSiC در تمامی دماهای زینتر، چگالی نسبی کاهش یافته و در نمونه حاوی ۱۵٪ حجمی nanoSiC به ۹۶٫۵٪ می‌رسد.

(۲) با افزایش دمای زینتر در تمامی درصدهای حجمی nanoSiC، چگالی نسبی بیشتر می‌شود به طوری که چگالی نسبی از حدود ۹۶٫۵٪ برای نمونه حاوی ۱۵٪ حجمی nanoSiC و زینتر شده در دمای 1600°C به ۹۹٫۵٪ در دمای زینتر 1750°C می‌رسد.

(۳) استحکام خمشی نمونه‌های زینتر شده در دمای 1750°C از ۲۵۱MPa در نمونه بدون افزودنی nanoSiC به ۳۹۶MPa در

در سرامیکهای نانوکامپوزیت Al_2O_3-SiC "مجله علمی- پژوهشی مهندسی مکانیک مجلسی، سال چهارم، شماره سوم، بهار ۱۳۹۰"

[18] Medvedovski E., "Alumina-mullite ceramics for structural applications", *Ceramics International*, Vol. 32, No. 4, pp. 369-375, 2006.

[19] Pérez-Riguerro J., Pastor J.Y., LLorca J., Elices M., Miranzo P. and Moya J.S., "Revisiting the Mechanical Behavior of Alumina/Silicon Carbide Nanocomposites", *Acta Materialia*, Vol. 46, No. 15, pp. 5399-5411, 1998.

[20] Wurst J.C. and Nelson J.A., "Linear Intercept Technique for Measuring Grain Size in Two-Phase Polycrystalline Ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 55, No. 2, p. 109, 1972.

[21] Medvedovski E., "Alumina Ceramics for Ballistic protection, part 2", *American Ceramic Society Bulletin*, Vol. 81, No. 4, pp. 45-50, 2002.

[22] Sakai M., Bradt C., "Fracture Toughness Testing of Brittle Materials", *International Materials Reviews*, Vol. 38, No. 2, pp. 53-78, 1993.

[23] Legros C., Carry C., Bowenc P. and Hofmann H., "Sintering of a Transition Alumina: Effects of Phase Transformation, Powder Characteristics and Thermal Cycle", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 19, pp. 1967-1978, 1999

[24] Medvedovski E., "Alumina Ceramics for Ballistic Protection, part 1", *American Ceramic Society Bulletin*, Vol. 81, No. 3, pp 27-32, 2002.

[25] Meyers M.A., Mishra A. and Benson D.J., "Mechanical properties of Nanocrystalline Materials", *Progress in Materials Science*, Vol. 51, pp. 427-556, 2006.

[26] Niihara K., "New Design concept of Structural Ceramics: Ceramic Nanocomposites", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, Vol. 99, pp. 974-982, 1991.

[27] Sakka Y., Bidinger D.D. and Aksay I.A., "Processing of Silicon Carbide-Mullite-Alumina Nanocomposites", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 78, No. 21, pp. 479-86, 1995.

[28] Kim S.H., Kim Y.H., Sekino T., Niihara K. and Lee S.W., "Tribological Properties of Hot Pressed Alumina-Silicon Carbide Nanocomposite", *Advances in Technology of Materials and Materials Processing*, Vol. 6, No. 1, pp. 17-22, 2004.

[29] Sternitzke M., "Review: Structural Ceramic Nanocomposites", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 17, pp. 1061-1082, 1997.

[30] Shackelford J.F. and Alexander W. "CRC Materials Science and Engineering Handbook". 3rd Edition, CRC Press, 2001.

[31] DellaCorte C., "An Analysis of the Wear Behavior of SiC Whisker Reinforced Alumina from 25 to 1200 °C", NASA Technical Memorandum 104489, Lewis Research Center Cleveland, Ohio, 1991.

Al2O3 Ceramics", *Ceramics International*, Vol. 26, pp. 391-396, 2000.

[4] Welham N.J., Setoudeh N., "Formation of an Alumina-Silicon Carbide Nanocomposite", *Journal of Materials Science*, Vol. 40, pp. 3271-3273, 2005.

[۵] مغربی م.، شاهوردی م.، "سمت و سوی تحقیقات در نانوفناوری" گروه کاری بین سازمانی علوم، مهندسی و فناوری نانو، ۱۳۸۳. (IWGN) انتشارات آتنا،

[6] Yang P., "The Chemistry of Nanostructured Materials", World Scientific Publishing Co. Ltd., 2003.

[7] Sambell R.A.J., Phillips, D.C. and Bowen, D.H., "The Technology of Carbon fibre Reinforced Glasses and Ceramics, Carbon Fibres, Their Place in Modern Technology", In Proceedings of the International Conference, Plastics Institute, London, 1974.

[8] Rahaman M. N., "Ceramic Processing and Sintering", CRC Press Pub., 2003.

[9] Wang J., Lim S.Y., Ng S.C., Chew C.H. and Gan L.M., "Dramatic Effect of a Small Amount of MgO Addition on the Sintering of Al2O3-5 vol% SiC nanocomposite", *Materials Letters*, Vol. 33, pp. 273-277, 1998.

[۱۰] بنگسیو م.، ترجمه ابراهیمی م.ا.، "سرامیکهای مهندسی"

چاپ فاضل، نشر کاوشگران، چاپ اول، تابستان ۱۳۸۳.

[11] Bagley R.D. and Johnson D.L., "Effect of Magnesia on Grain Growth in Alumina", *Advanced Ceramics*, Vol. 10, pp. 666-678, 1984.

[12] Duan C.A., "Effects of Chemical Inhomogeneities on Grain Growth and Microstructure in Al2O3", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 72, pp. 130-136, 1989.

[13] ASTM B311-93(2002)e1, "Test Method for Density Determination for Powder Metallurgy (P/M) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity", Developed by Subcommittee: B09.11, Book of Standards Volume: 02.05, 2002.

[14] ASTM C1161-02c(2008)e1, "Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature", Developed by Subcommittee: C28.01, Book of Standards Volume: 15.01, 2008.

[15] ASTM C769-98(2005) "Standard Test Method for Sonic Velocity in Manufactured Carbon and Graphite Materials for Use in Obtaining an Approximate Young's Modulus", Developed by Subcommittee: D02.F0, Book of Standards Volume: 05.05, 2005

[16] ASTM C1327-08, "Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics", Developed by Subcommittee: C28.01, Book of Standards Volume: 15.01, 2008.

[۱۷] مرادخانی ع.ر.، بهاروندی ح.ر.، تاجداری م.، وفایی صفت ع.

"تحلیل و بررسی چقرمگی شکست با استفاده از فرورونده ویکرز"

[32] Muneniya S., "Advanced Ceramics", Kodansha Scientific Pub., 1984.

[33] Anya C.C. and Roberts S.G., "Pressureless Sintering and Elastic Constants of Al₂O₃-SiC Nanocomposites", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 17, pp. 565-73, 1997.

[34] Jang B.K., Enoki M., Kishi T. and Oh H.K., "Effect of Second phase on Mechanical Properties and toughening of Al₂O₃ Based Ceramic Composites", Composite Engineering, Vol. 5, No. 10-11, pp. 1275-1286, 1995.

[35] Gadalla A., Elmasry M., Kongkachuichay P., "High Temperature Reactions within SiC-Al₂O₃ Composites", Chemical Engineering Department, Vol. 7, No. 9, pp. 2585-2592, 1992.