

تأثير ضغط الكبس على مقاومة الكسر في المواد السيراميكية المتقدمة

جنان ستار حششان*

تاريخ التسلم: ٢٠٠٤/٧/٦

تاريخ القبول: ٢٠٠٥/٤/١٧

الخلاصة

يعتبر سيراميك الزركونيا من المواد السيراميكية المتقدمة التي أصبحت تلاقى اهتماماً كبيراً نظراً لما تمتاز به من خواص ميكانيكية عالية تعزى إلى البنية التقوية التي تحصل في هذا النوع من السيراميك. تم دراسة تأثير إضافة 60wt% من الألومينا إلى الزركونيا المثبتة جزئياً باليتريا (- $5.4wt\% Y_2O_3 - ZrO_2$) حيث استخدمت تقنية تكنولوجيا المساحيق للحصول على النماذج باستخدام ضغوط كبس مختلفة 190 ، 255 ، 318 ، 381 ، 446MPa وأجراء التلييد عند درجات حرارية مختلفة $1350^\circ C$ ، $1450^\circ C$ ، $1550^\circ C$ ، $1650^\circ C$. ومن ثم تم قياس الكثافة للنماذج النهائية وقياس مقاومة الكسر باستخدام اختبار الإنضغاط القطري. تم التوصل إلى أن إضافة الألومينا أدت إلى تحسين مقاومة الكسر للنظام السيراميكي الثلاثي الناتج بعد الإضافة. كما أن زيادة ضغط الكبس أدى إلى ازدياد مقاومة الكسر حتى نسبة معينة ومن ثم حصل انخفاض في القيم، وكذلك ازدياد مقاومة الكسر مع زيادة درجة حرارة التلييد ولكن إلى حد معين ومن ثم حصل انخفاض في قيم مقاومة الكسر. أما بالنسبة للكثافة فأنها تزداد مع زيادة درجة حرارة التلييد بفعل عمليات التكثيف والترابط الحاصلة وتزداد مع زيادة ضغط الكبس ولكنها تصل إلى حد معين ثم تبدأ بالإنخفاض بسبب حصول ظاهرة الانفصال في العينات إلى مستويات منفصلة.

Effect of Compacting Pressure on Fracture Strength in Advanced Ceramics

Abstract

Zirconia ceramics are considered one of the most important types of advanced ceramics because of their good mechanical properties caused by toughening mechanisms that happened in this ceramics materials. This work include the studying of the effect of addition 60wt% Al_2O_3 to the $5.4wt\%Y_2O_3-ZrO_2$ system. Powder technology were used to present the samples by using compacting pressures 190, 255, 318, 381 and 466MPa and sintering temperature of 1350, 1450, 1550, and 1650°C. The addition of Al_2O_3 caused an enhancing the fracture strength. The increasing in compacting pressure leads to enhanced fracture strength and then it began to decrease the same effect happened with increasing the sintering temperature. For density values, increasing sintering temperature lead to increasing in density value, but when the compacting pressure increase

* قسم هندسة الإنتاج والمعادن / الجامعة التكنولوجية

that leads to increase the density and then the value decrease because of lamination effect.

التعتيق [5]. تمتلك الألومينا معامل مرونة عالي (Modules of Elasticity) والذي يؤدي إلى زيادة الحجم الحرج للتحويل وبذلك يؤدي إلى كبح التحول $m \leftarrow t$ والذي هو تحول عكوسي يكون مصحوب بتمدد بالحجم غير مرغوب فيه لتأثيره بالخواص سلبا وذلك يؤدي لتحسين مقاومة الكسر [6].

تعد مقاومة الكسر (Fracture Strength) من أهم الخواص التي تؤخذ بنظر الاعتبار عند إختيار المواد السيراميكية في التطبيقات الميكانيكية، حيث أن هذه المواد السيراميكية تعاني من التشوه اللدن فقط عند درجات الحرارة العالية أو عند ظروف الإعاقة الهيدروستاتيكية (Hydrostatic constraint)، عندما يكون الإجهاد لحركة الإنخلاعات عاليا. والفشل غالبا يحدث بواسطة التقدم غير المستقر للشق (unstable crack propagation) تحت أجهاد الشد الذي يفوق مقاومة الشد للمادة [7] [8] [9].

لذلك يركز الإهتمام على العوامل المؤثرة على مقاومة الكسر وقياسها عند إستخدام هذا النظام السيراميكي.

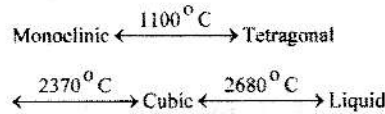
٢. الجانب العملي Experimental work

٢-١ المواد المستخدمة:

تم إستخدام مسحوق الزركونيا المثبتة جزئيا بالياتريا $5.4\text{wt}\% \text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ذات متوسط الحجم الحبيبي

١. المقدمة Introduction

يمتاز السيراميك المتقدم ذي الأساس من الزركونيا (Zirconia-based ceramics) بأنه يأتي في مقدمة المواد السيراميكية التي تستخدم في التطبيقات التي تحتاج إلى خواص ميكانيكية عالية (Structural ceramics) مثل أدوات القطع، القوالب، أجزاء المحركات، الأجزاء المقاومة للبلل [1]، وهذه الخواص تعود إلى آليات التقوية (Toughening mechanisms) التي يمتاز بها سيراميك الزركونيا [2]. تعاني الزركونيا من ظاهرة تغير الأطوار مع تغير درجة الحرارة، حيث تبدي ثلاث تراكيب رئيسية مع تغير درجة الحرارة كما موضح في المخطط التالي [3] [4].



ولكن من المشاكل التي تعاني منها أنظمة الزركونيا هي حساسية آليات التقوية للتغير في درجات الحرارة وكذلك الإنخفاض في المقاومة (Strength degradation) عند إجراء التعتيق عند درجة حرارية منخفضة (Low temperature aging) [4].

لذلك يتم إضافة طور ثاني (-Second Phase) ذو خواص عالية لتحسين الإنحلال في المقاومة ومن هذه المواد الألومينا Al_2O_3 التي تؤدي إلى مقاومة التغير في الخواص أثناء

٢-٣ الفحوصات:

٢. ٣. ١ قياس الكثافة:

تم حساب الكثافة النهائية باستخدام مبدأ أرخميدس وعلى المراحل التالية [10], [11]

٦. تجفيف النماذج الملبدة في مجفف لمدة 24 ساعة ومن ثم وزنها. ويسمى هذا الوزن WD.

٧. غمر النماذج في الماء المقطر لمدة 24 ساعة ثم تعليقها في ميزان حلزوني ويسجل الوزن. يسمى هذا الوزن Wb.

٨. أخرج النماذج ومسحها بقطعة قماش ومن ثم وزنها. يسمى هذا الوزن Wa.

ومن الأوزان أعلاه يتم إجراء الحسابات باستخدام القانون التالي:-

$$density = \frac{WD}{Wa - Wb} \times D \quad (1)$$

حيث أن:

D: كثافة الماء المقطر ($1g/cm^3$).

٢. ٣. ٢ قياس مقاومة الكسر:

تم استخدام قانون الإنضغاط القطري (Diometrical Compression Test) لقياس مقاومة الكسر. وجد هذا الاختبار من قبل Barcellos و Carniero في البرازيل و Aka و Zawa في اليابان بحدود عام 1953 [12, 13]. ويجري هذا الاختبار بأبسط صورة كالآتي:-

يتم ضغط العينة التي تكون بشكل قرص بين صفيحتين مستويتين ويتم تسليط القوة عموديا عبر القطر شكل (١)، وعند حصول الكسر في العينة

$0.46 \mu m$ والموضح تحليلها الكيميائي في الجدول (١)، كما استخدمت الألومينا بشكل مسحوق و متوسط حجم حبيبي مقداره $0.6 \mu m$ والموضح تحليلها الكيميائي في الجدول (2). أما المادة الرابطة فكانت PEG (Poly Ethylen Glacol) بنسبة مقدارها % ٢.

٢-٢ تحضير النماذج:

تم استخدام تقنية تكنولوجيا المساحيق P/T للحصول على النماذج النهائية، حيث أجريت عملية المزج للمساحيق في طاحونة الكرات ومن ثم إضافة المادة الرابطة بشكل محلول مائي وبعد الحصول على عالق كثيف تم تجفيفه عند درجة حرارة $100^\circ C$ لمدة 24 ساعة للتخلص من الماء وبعد ذلك تم إجراء التفتيت للمسحوق المتكسر للحصول على مزيج جاهز للكبس حاوي على 60wt% من الألومينا والباقي من الزركونيا جزئيا بالياتريا. تم استخدام تقنية الكبس بالقوالب (Die Casting) باستخدام ضغط كبس مختلف 190، 255، 318، 381، 446MPa وذلك باستخدام قالب من كاربيد التتستن بقطر (Icm). ومن ثم أجري التلييد في الفرن المبرمج عند درجات حرارة مختلفة $1350^\circ C$ ، $1450^\circ C$ ، $1550^\circ C$ و بمعدل تسخين $5^\circ C/min$ و بزمان تثبيت مقداره ساعتان.

٣. النتائج: Results

٣.١ نتائج قياس الكثافة:

تم دراسة تأثير إضافة الألومينا على الكثافة النهائية للنماذج الملبدة. ويوضح الجدول (٣) نتائج قياس الكثافة. وأن رفع قيمة الضغط لقيم أعلى قد أدى للحصول على قيم ثابتة للكثافة.

٣.٢ مقاومة الكسر

توضح الأشكال (١-٣)، (٢-٣)، (٣-٣)، (٤-٣) العلاقة بين مقاومة الكسر ودرجة حرارة التليد عند ضغوط كبس مختلفة. كما يوضح الجدول (٢-٣) النتائج التي تم الحصول عليها من اختبار الإنضغاط القطري.

٤. مناقشة النتائج:

Discussion

٤.١ الكثافة

نلاحظ من الجدول (٣) أن قيم الكثافة تزداد مع زيادة درجة حرارة التليد وهذا يعود إلى عمليات التكثيف (densification) التي تحصل أثناء عملية التليد حيث تبدأ هذه العمليات بتكون أعناق (nicks) بين الذرات تتطور مع إزدياد زمن التليد ودرجة حرارة التليد لتتحصل إحاطة كاملة بالفراغات الموجودة بين الذرات فتصبح على شكل مسامية مغلقة. أن إضافة الألومينا أدت إلى كبس النمو البلوري أثناء التليد عند درجات حرارة مرتفعة وهذا ينعكس على تحسن بالخواص الميكانيكية لأن زيادة الحجم الحبيبي تؤدي إلى

يتم حساب مقاومة الكسر من القانون التالي [14]:

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi d t} \dots \dots \dots (2)$$

حيث أن:-

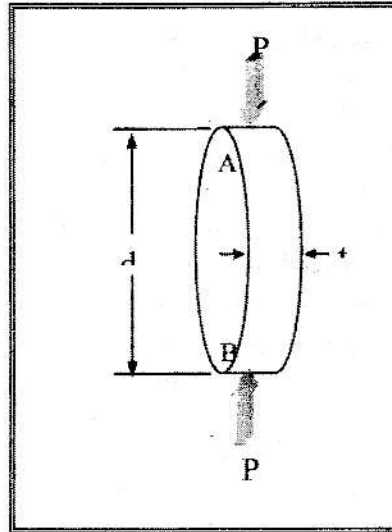
σ_t : مقاومة الشد (MPa).

P : الحمل المسلط (N).

d : قطر العينة (mm).

t : سمك العينة (mm).

ويسمى هذا الإختبار بعدة أسماء أخرى وهي أختبار الشد القطري (Diametrical tensile test)، الإختبار البرازيلي (Brazilian test)، أختبار الشد الغير مباشر (Indirect tensile test) وأختبار الضغط الشديد (Compact crushing test) [14].



شكل (١): يوضح تحميل العينة أثناء إختبار الإنضغاط القطري.

ترفع الخواص الميكانيكية للمواد السيراميكية. إن إضافة الألومينا أدت لكبح النمو الحبيبي مع ارتفاع درجة الحرارة لذلك حصل التحسن في مقاومة الكسر وكذلك فإن معامل المرونة العالي للألومينا والذي يؤدي إلى زيادة الحجم الحرج للتحويل $t \leftarrow m$ أدى إلى ظهور أليات التقوية ولذلك حصل التحسن في مقاومة الكسر ولكن استخدام درجات حرارية عالية أدى إلى ظهور الأطوار الزجاجية في الألومينا والتي تتجمع عند الحدود البلورية والتي تتلصق (Softening) عند درجات حرارة أقل من درجات حرارة تلتصق أطوار الزركونيا وهذا أدى إلى انخفاض في مقاومة الكسر مع ازدياد درجة حرارة التلييد. أما بالنسبة لضغط الكبس فإن زيادته قد أدت إلى زيادة في قيمة مقاومة الكسر بفعل حصول الترابط بين الدقائق وتقارب المسافات البينية وتكون الجسور الرابطة بين الدقائق، ولكن عند استخدام ضغوط كبس عالية وبفعل كون معامل المرونة للمواد السيراميكية منخفض نسبياً فيؤدي ذلك إلى ظاهرة الانفصال بشكل طبقات في النموذج (Lamination) والتي تؤدي إلى تقليل التماسك بين الدقائق في العينة وبذلك تقل مقاومة الكسر. أما عند زيادة قيمة الضغط إلى قيمة 466MPa وهي القيمة القصوى فيلاحظ تحسن في المقاومة بفعل تحطم المستويات التي تكونت أثناء ظاهرة الانفصال وحصول الاندماج مرة أخرى بين الدقائق.

انخفاض الكثافة والخواص الميكانيكية.

أما بالنسبة لتأثير ضغط الكبس فنلاحظ أن زيادته تؤدي إلى زيادة الكثافة وهذا بفعل الترابط الميكانيكي (Mechanical connection) الذي يحدث أثناء عملية الكبس والذي يتمثل بتكوين جسور رابطة بين الدقائق تؤدي إلى تقليل المسافات البينية بين الدقائق وبذلك تزداد الكثافة.

٢.٤ مقاومة الكسر

من الأشكال الخاصة بالعلاقة بين مقاومة الكسر ودرجة حرارة التلييد عند ضغوط كبس مختلفة، ومن الجدول (4) نلاحظ الآتي:

عند ضغط كبس 190MPa تزداد مقاومة الكسر مع زيادة درجة حرارة التلييد وتبلغ أقصى قيمة لها عند درجة حرارة 1450°C ثم تعود لتتخفف. أما عند ضغط كبس 225MPa فإن مقاومة الكسر تزداد مع زيادة درجة حرارة التلييد وتبلغ أقصى قيمة لها عند درجة حرارة 1550°C ثم تعود لتتخفف. أما عند ضغط كبس 318MPa فإن أقصى قيمة لمقاومة الكسر هي عند درجة حرارة 1450°C وعند نفس الدرجة الحرارية تبلغ مقاومة الكسر قيمتها القصوى عند ضغط كبس مقداره 381MPa وعند ضغط 446MPa.

أن علاقة مقاومة الكسر مع درجة حرارة التلييد هي علاقة طردية ويعزى سبب ذلك لعمليات التكتيف الحاصلة أثناء عملية التلييد والتي

2. Stevens, R. "Zirconia and Zirconia Ceramics", Published by Magnesium Electron Ltd., 1986, P91.
3. C.Subbarao, E. in "Advance in Ceramics", Vol 3 (Science and Technology of Zirconia), Eds, A.H Heuer and L.W.Hobbs, Published by American Ceramic Society (AcerS), U.S.A, 1981, P1.
4. Sergio R.Mintzer, J. of Am. Cer. Soc., 84(2001)1.
5. Mickel W.Barsoum, "Fundamentals of Ceramics", Published by McGraw-Hill International, 1997.
6. Koji Tsukama and Masahiko Shimada, J. of Mat. Sci. Lett. 4(1985) 857 - 861.
7. Tsukama K. and Masahiko Shimada, J. of Mat. Sci. Lett., 4(1985) 857.
8. Dov Sherman and David Brandon, J. Adv. eng. Mat., 1(1999) 161-181.
9. Shulman, H.S. W.J. Wallcer, 25th Annual Conference of Advanced Ceramics and Composites, Paper C4-009-01 (2001) Cocoa Beach, Florida.
10. Griffiths R. and Radford, C. "Calculation Ceramics", Maclaren and Sons Ltd., London, 1964.

٥. الاستنتاجات: Conclusion

من خلال النتائج التي تم التوصل إليها في هذا البحث يمكن استنتاج الآتي:-

١. إضافة الألومينا إلى النظام الثنائي 5.4wt%Y-PSZ يؤدي للحصول على خواص ميكانيكية جيدة وخصوصاً مقاومة الكسر.
٢. تزداد مقاومة الكسر عند إضافة الألومينا بفعل تعزيز آليات التقوية الحاصلة في نظام زركونيا - ياتريا.
٣. تؤدي زيادة ضغط الكبس لتحسين مقاومة الكسر، ولكن عند الإستمرار بزيادة ضغط الكبس ستقل مقاومة الكسر وذلك بسبب ظاهرة الانفصال والتي تتكون على شكل طبقات داخل العينة.
٤. تزداد مقاومة الكسر مع زيادة درجة حرارة التليد ولكنها تعود وتخفض بفعل تكون الأطوار الزجاجية (Glassy phases) للألومينا والتي تتجمع عند الحدود البلورية.
٥. أقصى مقاومة كسر تم الحصول عليها كانت عند ضغط كبس مقداره 225MPa وعند درجة حرارة تليد 1550°C.

المصادر References

1. Rajendran, J.Drennan and S.P.S. Badwel, J. of Mat.Sci.lett.,6(1987) 1431.

13. Shetty, D.K. A.R. Rosen field, and W.H. Duck worth, J.Am. Ceram. Soc., 69(1986) 437.
14. Procopio, A.T. A. Zavaliangos and J.C. Cunningham, J.Mat.Sci., 38(2003) 3629 – 3639.
11. Singer, F. and S.S. Singer, "Industrial Ceramics", Chapan and Ltd., London, 1963.
12. Ovrin J.E.O. and Davies, T.J. J. Mat. Sci. and Eng., 96(1987)109.

جدول (٢): التحليل الكيماوي للألومينا.

Element and Oxide	Conc. ppm
Purity	99.9
Na	22
Si	34
Fe	18
Ca	15
MgO	8
Ti	< 5
Ga	< 5

جدول (١): التحليل الكيماوي للزركونيا - ياتريا (wt%)

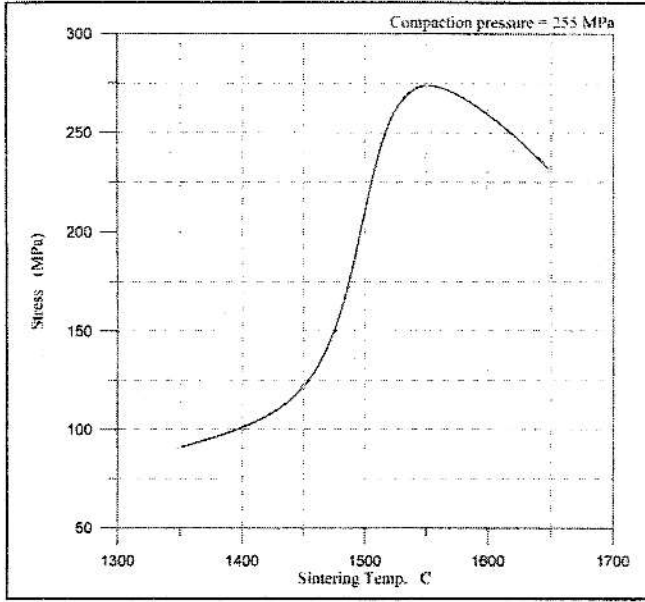
Oxides	Wt %
ZrO ₂ -HfO ₂	93.8
Y ₂ O ₃	5.4
SiO ₂	0.11
TiO ₂	0.12
Al ₂ O ₃	0.25
Fe ₂ O ₃	0.003
Na ₂ O	0.02
CaO	0.05

جدول (٣): نتائج قياس الكثافة.

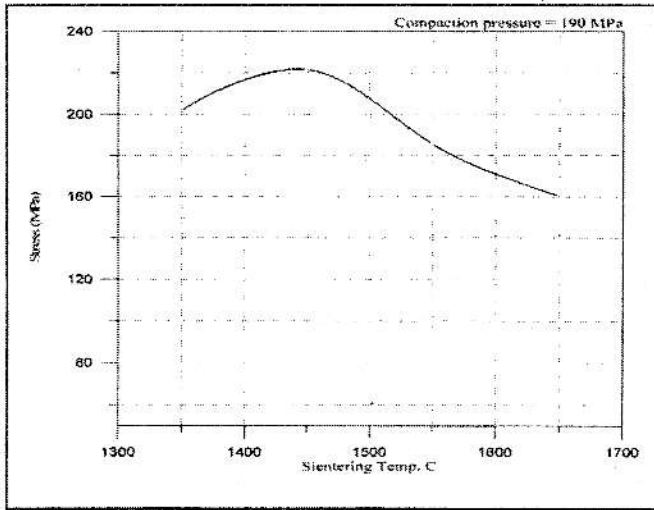
الكثافة	الضغط	درجة حرارة التلبيد	نسبة Al_2O_3 wt%	رقم العينة
3.3499	190	1350	60 %	١
3.3748		1450		٢
٤,٠٥٧٣		١٥٥٠		٣
٤,١٨٥٠		1650		٤
٣,٣٨١٩	255	١٣٥٠	60 %	٥
٣,٣٨٤٣		1450		٦
٤,٠٦٠٨		1550		٧
٤,١٦١٥		1650		٨
٣,٣٥٠٩	318	1350	60 %	٩
٣,٤٣٩١		1450		١٠
٣,٤٥٣٣		١٥٥٠		١١
٤,٠٨٧٨		1650		١٢
٣,٢٠٨٦	381	١٣٥٠	60 %	١٣
٤,٠٧٧١		1450		١٤
٤,١٨٩٠		1550		١٥
٤,٩٦٧٠		١٦٥٠		١٦

جدول (٤): نتائج اختبار الإزديغاط القطري (مقاومة الكسر).

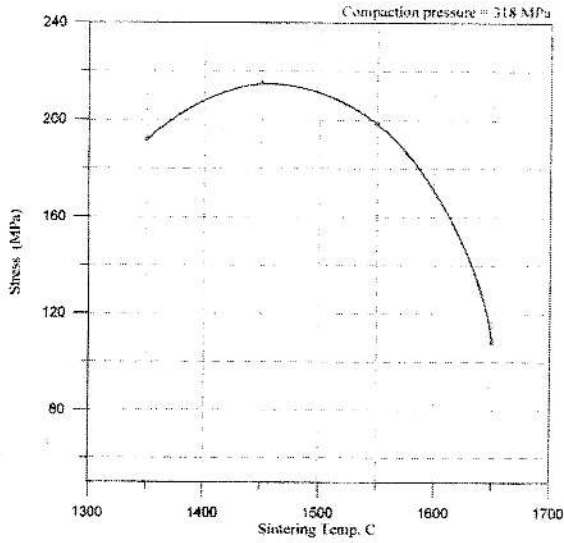
Symbol No.	Max. Load Kg.f	Compacting Pressure MPa	Diameter (d) mm	Thickness (t) mm	Sintering Temp. °C	Fracture Strength MPa
1	18260	190	9.6	6	1350	201.91
2	19610	190	9.4	6	1450	221.46
3	17500	190	9.2	6	1550	185.32
4	13580	190	9	6	1650	160.17
5	7050	225	9	5.5	1350	90.716
6	10500	225	9	5.5	1450	121.65
7	21260	225	9	5.5	1550	273.56
8	17930	225	9	5.5	1650	230.71
9	13540	318	9	5.2	1350	191.64
10	17590	318	9	5.2	1450	214.63
11	16230	318	9	5.2	1550	198.23
12	8850	318	9	5.2	1650	107.98
13	8810	381	9	5	1350	138.55
14	11400	381	9	5	1450	161.35
15	9421	381	9	5	1550	146.33
16	10350	381	9	5	1650	141.42
17	10205	446	9	4.7	1350	160.41
18	15320	446	9	4.5	1450	239.52
19	14460	446	9	4.5	1550	227.29
20	11590	446	9	4.5	1650	182.27



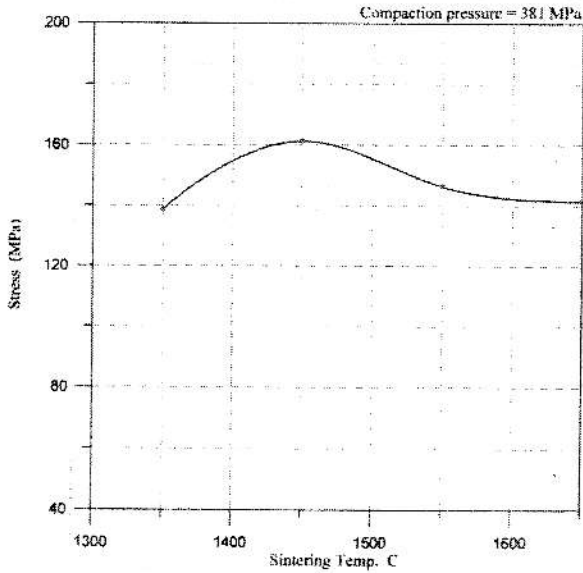
شكل (٢): علاقة مقاومة الكسر ودرجة حرارة التلييد عند ضغط كبس ١٩٠ MPa.



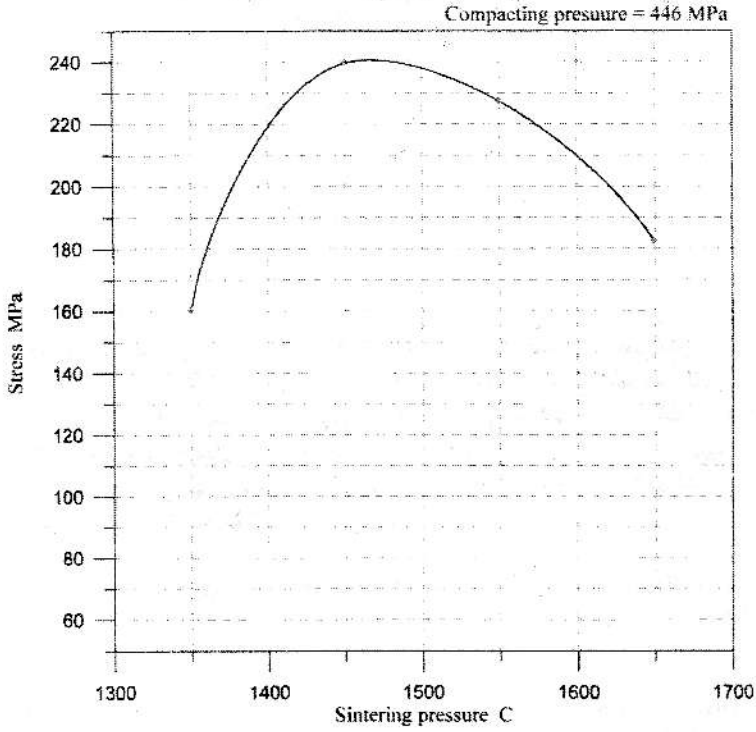
شكل (٣): علاقة مقاومة الكسر ودرجة حرارة التلييد عند ضغط كبس ٢٥٥ MPa.



شكل (٤): علاقة مقاومة الكسر ودرجة حرارة التلييد عند ضغط كبس ٣١٨ MPa.



شكل (٥): علاقة مقاومة الكسر ودرجة حرارة التلييد عند ضغط كبس ٣٨١ MPa.



شكل (٦): علاقة مقاومة الكسر ودرجة حرارة التليد عند ضغط كبس .٤٤٦ MPa