

افزایش سختی و بهبود مقاومت به اشاعه ترک در قطعات زیرکونیا با کاهش اندازه دانه ها به روش تف جوشی دومرحله ای

سید خطیب الاسلام صدرنژاد^۱، زهره رضوی حسابی^۱، مهدی مظاهری^۱ و صاحبعلی منافی^۱

۱- پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده مواد نو

۲- دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی و علم مواد

sadrnezh@sharif.edu

چکیده

در این مقاله، پودر نانوبلورین زیرکونیای پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا با رژیم های حرارتی مختلف تف جوشی گردید. نتایج نشان داد که با به کارگیری روش تف جوشی دو مرحله ای از رشد دانه ها در مرحله نهایی تف جوشی جلوگیری شد و ساختاری با اندازه دانه متوسط ۲۹۵ نانومتر بدست آمد. آزمون سختی سنجی و اندازه گیری چقرمگی شکست نشان داد که با کاهش اندازه دانه ها هم سختی و هم مقاومت به اشاعه ترک به طور قابل ملاحظه ای افزایش یافت.

کلمات کلیدی: پودر نانوبلورین، زیرکونیا، تف جوشی دو مرحله ای.

مقدمه

زیرکونیای پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا یکی از جذاب ترین سرامیک های مهندسی است که در پیل های سوختی جامد برای تبدیل انرژی شیمیایی به الکتریکی به کار برده می شود. هدایت بالای یون اکسیژن در ساختار مکعبی زیرکونیا آن را به انتخابی مناسب برای کاربردهایی مانند پیل سوختی و حسگر اکسیژن مبدل کرده است [۱-۴]. این در حالی است که پایین بودن چقرمگی شکست و مقاومت به اشاعه ترک کاربرد آن را محدود می سازد. از آنجایی که در شرایط کاری این قطعات تحت تنش های مکانیکی و حرارتی قرار می گیرند لذا افزایش خواص مکانیکی به ویژه چقرمگی شکست آنها از اهمیت ویژه ای برخوردار است. یکی از روش های بهبود خواص مکانیکی کاهش اندازه دانه ساختار است. برای نمونه تکلی^۱ [۵] نشان داد که با کاهش اندازه دانه زیرکونیا چقرمگی شکست تا ۶۰ درصد افزایش یافت. به منظور کاهش اندازه دانه ها و کنترل ریزساختار روش های گوناگونی وجود دارد. اضافه کردن فاز ثانویه [۵]، تف جوشی تحت فشار مانند پرس گرم

^۱ Tekeli

[6]، تف جوشی پلاسمای جرقه ای^۲ [7] را می توان برای ساخت قطعات ریز دانه سرامیکی معرفی نمود. ولی افت خواص الکتریکی ناشی از حضور ذرات فاز ثانویه و گران بودن تجهیزات روش های تف جوشی تحت فشار امکان استفاده از این روش ها را محدود می سازد. در روش تف جوشی دو مرحله ای بدون نیاز به استفاده از فشار و یا اضافه کردن فاز ثانویه می توان ریزساختار را کنترل نمود و قطعات با اندازه دانه در محدوده زیر میکرون را تولید نمود. در مرحله اول نمونه از دمای اتاق تا دمای بالایی حرارت می بیند و تف جوشی می شود، اما در مرحله دوم که دمای نگهداری در دمای ثابت است، دما کاهش می یابد و تف جوشی در دمای کمتری ادامه می یابد. چن^۳ و ونگ^۴ [۸] اولین بار از این روش برای ساخت قطعات چگال نانو ساختار ایتریا استفاده کردند. در این پژوهش با استفاده از پودرهای نانوبلورین زیرکونیا، قطعات نانو ساختار به روش تف جوشی دو مرحله ای تولید شد و سختی و چقرمگی شکست ساختارهای تولید شده اندازه گیری شد.

فعالیت های تجربی

پودر نانوبلورین زیرکونیا پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا تحت فشار ۶۰۰ مگاپاسکال در قالب فلزی با قطر ۱۰ میلیمتر به صورت تک محوری فشرده شد. خشته های خام با نرخ $1/12 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ در دماهای مختلف تا $1500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ تف جوشی شدند. در رژیم تف جوشی دو مرحله ای ابتدا خشته های خام با نرخ $1/12 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ تا دمای $1250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ حرارت داده شدند و سپس با سرعت $5/6 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ تا دمای $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ سرد شدند و تا ۲۰ ساعت در آن دما نگهداری شدند. چگالی نمونه های تف جوشی شده به روش ارشمیدس اندازه گیری شد. برای تعیین اندازه دانه نمونه ها پس از پلیش مکانیکی و اچ حرارتی سطح آماده سازی شده نمونه ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. سختی و چقرمگی شکست نمونه های چگال به روش سختی ویکرز با اعمال بار ۵ کیلوگرم با استفاده از روابط زیر اندازه گیری شد. به طوری که P نیروی اعمالی، d متوسط قطر لوزی اثر، E مدول الاستیک، C طول ترک ایجاد شده در رئوس لوزی اثر است.

$$H_v = \frac{1.854 P}{d^2}$$

$$K_{IC} = 0.0016 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right)$$

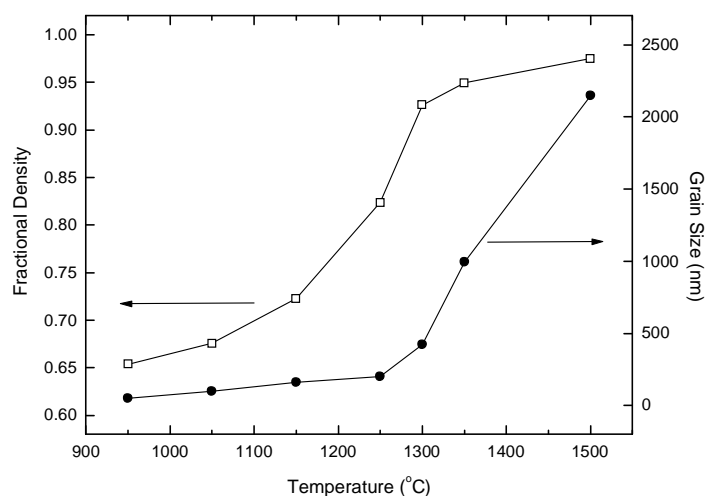
² Spark Plasma Sintering

³ Chen

⁴ Wang

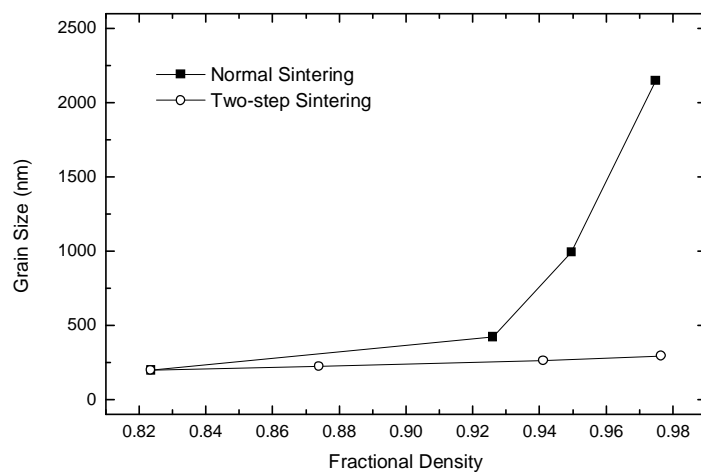
نتایج و بحث

شکل (۱) تغییرات چگالی نسبی و اندازه دانه نمونه‌ها را بر حسب دمای تف جوشی نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود افزایش چگالی در دماهای کمتر از 1150°C ناچیز است اما نرخ چگالش در دمای 1250°C به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. نتایج نشان می‌دهد با افزایش دما از 1150°C تا 1300°C چگالی نسبی نمونه‌ها بیش از ۲۷ درصد افزایش یافته است و به 0.92 مقدار تئوری رسیده است. بررسی تغییرات اندازه دانه‌ها بر حسب دمای تف جوشی نشان می‌دهد که در دماهای کمتر از 1300°C نرخ رشد دانه‌ها آهسته است به طوری که اندازه دانه‌ها از ۵۱ نانومتر به ۱۹۹ نانومتر افزایش یافته است. با افزایش بیشتر دما دانه‌ها به طور قابل ملاحظه‌ای رشد کرده است. علت این امر را می‌توان به حذف حفرات بسته نسبت داد که در مراحل اولیه تف جوشی با قفل کردن مرزها مانع از رشد افراطی دانه‌های نانومتری می‌گشتند.

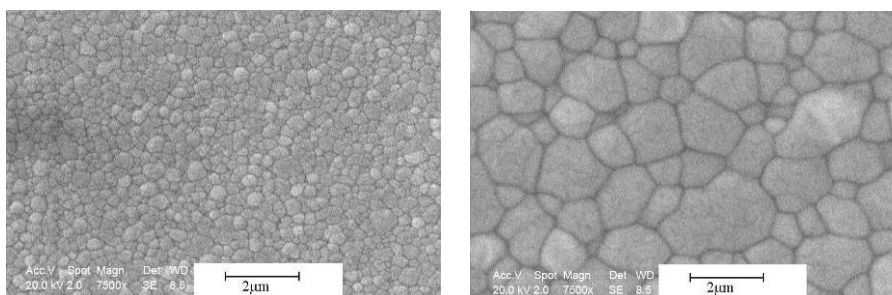


شکل ۱ چگالی نسبی و اندازه دانه پودر نانوبلورین زیرکونیا پرس شده در فشار ۶۰۰ مگاپاسکال بر حسب دمای تف جوشی.

شکل (۲) تغییرات اندازه دانه‌ها را بر حسب چگالی نسبی نمونه‌ها برای رژیم تف جوشی دو مرحله‌ای در مقایسه با تف جوشی تک مرحله‌ای نشان می‌دهد. مطابق شکل دیده می‌شود که در رژیم تف جوشی دو مرحله‌ای با وجود فعال بودن مکانیزم‌های چگالش از رشد دانه‌ها به شدت جلوگیری شده است. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های تف جوشی شده با چگالی نسبی ≈ 0.98 در شکل (۳) نشان داده شده است. این نتایج با نتایج تحقیقات قبلی مطابقت دارد [۹ و ۸]. آنها بیان کردند که چگالش نمونه‌ها در دماهای پایین‌تر در مرحله دوم تف جوشی سبب می‌شود تا حرکت مرز دانه‌ها متوقف شود در حالیکه نفوذ مرز دانه‌ها همچنان فعال است. لذا بدون رشد قابل ملاحظه دانه‌ها چگالی افزایش می‌یابد.



شکل ۲: اندازه دانه پودر نانوبلورین زیرکونیا تف جوشی شده بر حسب چگالی نسبی برای رژیم های حرارتی تک مرحله ای و دو مرحله ای.



شکل ۳: SEM پودر نانوبلورین زیرکونیای تف جوشی شده با رژیم حرارتی الف) تک مرحله ای و ب) دو مرحله ای.

جدول (۱) نتایج آزمون سختی سنجی و چقرمگی شکست را نشان می دهد. نتایج نشان می دهد که با کاهش اندازه دانه ها هم سختی و هم چقرمگی شکست افزایش یافته است. افزایش تعداد مرز دانه ها و کاهش قابلیت تغییر شکل به عنوان عامل اصلی افزایش مقاومت به شاعه ترک در ساختارهای ریز دانه بیان شده است [۱۵].

جدول ۱- سختی و چقرمگی شکست نمونه های تف جوشی شده با رژیم های حرارتی تک مرحله ای و دو مرحله ای.

چقرمگی شکست ($\text{MPam}^{1/2}$)	سختی ویکرز (GPa)	اندازه دانه (نانومتر)	درصد چگالی تئوری
1/61	12/87	۲۱۵۰	۹۷/۵
3/16	13/51	۲۹۵	۹۷/۶

نتیجه گیری

۱. با اعمال روش تف جوشی دو مرحله ای از رشد دانه ها در مرحله نهایی تف جوشی به طور قابل ملاحظه ای جلوگیری شد و ساختار ریز دانه با اندازه دانه متوسط ۲۹۵ نانومتر بدست آمد. این در حالی است که رشد افراطی دانه ها در مرحله نهایی تف جوشی تک مرحله ای منجر به بزرگ شدن دانه ها تا بیش از ۲ میکرومتر شد.

۲. نتایج آزمون سختی و چقرمگی شکست نشان داد که با کاهش اندازه دانه ساختار از ۲,۱۵ میکرومتر تا ۲۹۵ نانومتر منجر به افزایش چقرمگی شکست بیش از ۹۶ درصد شده است.

مراجع

- [۱] X.M. Wang, G. Lorimer, P. Xiao, Solvothermal synthesis and processing of yttria-stabilized zirconia nanopowder, *Journal of the American Ceramic Society*, 88 (2005) 809–816.
- [۲] M. Han, X. Tang, H. Yin, S. Peng, Fabrication, microstructure and properties of a YSZ electrolyte for SOFCs, *Journal of Power Sources* 165 (2007) 757–763.
- [۳] C. Laberty-Robert, F. Ansart, C. Deloget, M. Gaudon, A. Rousset, Dense yttria stabilized zirconia: sintering and microstructure, *Ceramics International*, 29 (2003) 151–158.
- [۴] Q. Zhu, B. Fan, Low temperature sintering of 8YSZ electrolyte film for intermediate temperature solid oxide fuel cells, *Solid State Ionics* 176 (2005) 889–894.
- [5] S. Tekeli, Fracture toughness (K_{IC}), hardness, sintering and grain growth behavior of 8YSCZ/ Al_2O_3 composites produced by colloidal processing, *Journal of Alloys and Compounds*, 391 (2005) 217–224.
- [6] A. Weibel, R. Bouchet, R. Denoyel, P. Knauth, Hot pressing of nanocrystalline TiO_2 (anatase) ceramics with controlled microstructure, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 2641–2646.
- [7] A. Angerer, L.G. Yu, K.A. Khor, G. Krumpel, Spark plasma sintering (SPS) of nanostructured and submicron titanium oxide powders, *Materials Science and Engineering A381* (2004) 16-19.
- [8] I.W. Chen, X.H. Wang, Sintering dense nanocrystalline oxide with-out final stage grain growth, *Nature*, 404 (2000) 168-71.
- [9] X.H. Wang, P.L. Chen, I.W. Chen, Two-step sintering of ceramics with constant grain-size, I. Y_2O_3 , *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (2006) 431-437.