

ساخت و بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت‌های آلومینا - زیرکونیا به منظور استفاده به عنوان ابزار برش و تراش

پرستو کیوانفر^۱، اسماعیل صلاحی^۱، مهران صولتی هنجین^۲ و محمد پازوکی^۱

^۱ پژوهشگاه مواد و انرژی، تهران، صندوق پستی ۴۷۷۷-۱۴۱۵۵

^۲ دانشگاه صنعتی امیرکبیر

Parasto-k@Yahoo.com

چکیده: موادی که در حال حاضر به عنوان ابزارهای برش و تراش استفاده می‌شوند عبارتند از: فلزات مانند فولادهای تندبر، سمرتها و سرامیک‌ها. در این میان، مواد سرامیکی با توجه به ویژگی‌های خود، مانند مقاومت بالا به سایش، استحکام فشاری و خمشی مناسب و پایداری شیمیایی می‌توانند به عنوان ابزار برش و تراش به کار روند. در کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا، حضور ذرات زیرکونیا در زمینه آلومینا، به شکل ذرات مجزا که قابلیت انجام دگرگونی فازی تراکونال به فاز مونوکلینیک را دارند، سازوکار اصلی افزایش چقرمگی می‌باشد.

هدف از این پژوهش، ساخت قطعاتی از جنس کامپوزیت‌های آلومینا با درصدهای مختلف زیرکونیایی نیمه پایدار شده با ایتریا است. مقدار زیرکونیا از ۲۰-۵ درصد حجمی و دمای سینتر از ۱۶۵۰-۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد متغیر بود. استحکام، چگالی و چقرمگی نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. مطابق نتایج به دست آمده، با افزایش مقدار زیرکونیا، چقرمگی نمونه‌ها افزایش می‌یابد که بیشترین مقدار آن $6/2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ مربوط به نمونه دارای ۲۰ درصد حجمی زیرکونیاست. مقدار استحکام نمونه‌ها در اثر افزودن زیرکونیا کاهش می‌یابد و با افزایش مقدار زیرکونیا، مقدار این کاهش کمتر می‌شود.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت، آلومینا/زیرکونیا، ابزار برش و تراش سرامیکی

۱- مقدمه

نزدیک به صد سال است که از ابزارهای برش سرامیکی استفاده می‌شود [۱]. این مواد، طی سال‌های متمادی و با پیشرفت علم، به صنعت معرفی شدند. هر کدام از این مواد با توجه به ویژگی‌هایی که دارند برای کاربردهای معینی استفاده می‌شوند. موادی که در حال حاضر به عنوان ابزارهای برش و تراش به کار می‌روند، عبارتند از فلزات، مانند فولاد تندبر، سمرتها و سرامیک‌ها. در این میان مواد سرامیکی با توجه به ویژگی‌های خود، مانند مقاومت بالا به سایش، استحکام فشاری و خمشی مناسب و پایداری شیمیایی می‌توانند به عنوان ابزار برش و تراش استفاده شوند. افزون بر موارد اشاره شده، این مواد می‌توانند ویژگی‌های خود را در دماهای بالا نیز حفظ کنند. در میان مواد سرامیکی، آلومینا یکی از نخستین موادی است که از آن به عنوان ابزار برش استفاده شده است. آلومینای خالص، سختی بالایی دارد (۹ در مقیاس موس) و استحکام فشاری، خمشی و مقاومت در برابر سایش آن نیز در حد قابل قبولی می‌باشد. همچنین این ماده، پایداری شیمیایی خوبی دارد ولی چقرمگی شکست آن به عنوان ابزار برش و تراش، پایین است. هدایت حرارتی آن نیز در مقایسه با سرامیک‌های دیگر، کم است، بنابراین از شوک‌پذیری قابل توجهی برخوردار نیست [۲]. با توجه به ویژگی‌های اشاره شده در مورد آلومینا، برای بهینه سازی ویژگی‌های این ماده، از کامپوزیت‌های زمینه آلومینایی استفاده می‌شود. در این میان، می‌توان به کامپوزیت‌های آلومینا / ذرات کاربید تیتانیم یا نیتريد تیتانیم، آلومینا/ ویسکرها یا کاربید سیلیسیم و آلومینا / زیرکونیا اشاره کرد. علاوه بر آلومینا، از دیگر مواد سرامیکی که در ساخت ابزار برش و تراش کاربرد دارند می‌توان به نیتريد سیلیسیم و الماس بس بلور و نیتريد بور مکعبی نیز اشاره کرد.

۲- کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا

از مدت‌ها پیش، زیرکونیا به‌عنوان یک ماده افزودنی به آلومینا که به سینتر این ماده کمک می‌کند شناخته شده بود [۳]. زیرکونیا (اکسید زیرکونیم) به‌صورت خالص، دمای ذوبی در حدود 2700°C و هدایت حرارتی پایینی دارد. هنگام حرارت دادن، این ماده دچار دگرگونی فازی زیر می‌شود:



دگرگونی فازی تتراگونال به مونوکلینیک، یک دگرگونی فازی مارتنزیتی است و با انبساط حجمی حدود ۴٪ همراه است. با افزودن برخی از اکسیدها، مانند MgO ، CaO ، Y_2O_3 و ... می‌توان فازهای دما بالای زیرکونیا را در دمای محیط تثبیت نمود. این یون‌های فلزی هنگامی که با یون Zr جایگزین شوند، به دلیل داشتن ظرفیت کمتر، باعث ایجاد جاهای خالی اکسیژن می‌شوند. این جاهای خالی در شبکه اجازه بازگشت به فازهای دما پایین را به ساختار نمی‌دهند و به این صورت فازهای دما بالای این ماده می‌تواند در دماهای پایین تثبیت شوند.

در اواخر دهه ۱۹۷۰ میلادی تحقیقات وسیعی در زمینه استفاده از زیرکونیا به‌عنوان فاز دوم در ساخت کامپوزیت‌ها آغاز شد [۷-۴]. ریزساختار کامپوزیت‌های آلومینا/زیرکونیا (ZTA) بر پایه حضور دو فاز جداگانه، بدون انجام واکنش و تشکیل محلول جامد میان این دو، بنا شده است. ساخت آلومینای چقرمه شده توسط ذرات پراکنده زیرکونیا با ساخت زیرکونیای نیمه پایدار شده (PSZ) گسترش یافت. زیرکونیای نیمه پایدار شده (PSZ) مخلوطی از پلی‌مرف‌های زیرکونیاست که به دلیل کافی نبودن مقدار اکسید اضافه شده برای تثبیت فاز مکعبی، مخلوطی از فاز مکعبی و فاز نیمه پایدار زیرکونیای تتراگونال به دست می‌آید. در واقع فاز زمینه مکعبی به ذرات تتراگونال، تنش فشاری اعمال می‌کند که باعث تثبیت این فاز شده و به همین علت این فاز به صورت نیمه پایدار در این نوع زیرکونیا وجود دارد و با اعمال تنش، این فاز می‌تواند به شکل فاز دما پایین زیرکونیا، یعنی مونوکلینیک تغییر شکل دهد. حضور این ذرات زیرکونیا در زمینه آلومینا، به عنوان ذرات مجزا که قابلیت انجام دگرگونی فازی تتراگونال به مونوکلینیک را دارند، سازوکار اصلی افزایش چقرمگی در کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا می‌باشد. با انجام این دگرگونی فازی، ذرات زیرکونیا دچار انبساط حجمی و کرنش برشی شده که سبب پدید آمدن سازوکارهای چقرمگی مختلفی، مانند دگرگونی فازی پدید آمده از تنش، ایجاد ریز ترک، ایجاد تنش فشاری در سطح و انحراف ترک خواهد شد.

در حالی که سازوکار دگرگونی فازی پدید آمده از تنش، در این نوع کامپوزیت وجود داشته باشد، ذرات نیمه پایدار فاز زیرکونیای تتراگونال که در زمینه سرامیکی پخش شده اند، توانایی تغییر شکل، به حالت پایدار ترمودینامیکی خود (فاز مونوکلینیک) را بر اثر اعمال تنش (به‌عنوان مثال انرژی نوک ترک) دارند. این دگرگونی فازی، انبساط حجمی در حدود ۴٪ و کرنش برشی در حدود ۶٪ را به همراه داشته و تنش فشاری را که باعث بسته شدن ترک می‌شود، پدید می‌آورد [۴]. این نوع کامپوزیت‌ها بر حسب نوع ذرات زیرکونیا به چهار دسته تقسیم می‌شوند [۴]:

۲-۱- آلومینا و ذرات زیرکونیای پایدار نشده

در سال ۱۹۷۶ Claussen تحقیقی در مورد افزایش چقرمگی آلومینا با استفاده از ذرات زیرکونیای پایدار نشده (فاز مونوکلینیک) انجام داد [۳]. سازوکار افزایش چقرمگی در این سیستم، پدید آمدن ریزترک به دلیل انجام دگرگونی فازی تتراگونال به مونوکلینیک در ذرات زیرکونیا، در هنگام سرمایش از دمای سینتر است. Claussen دریافت که ریزترک‌ها، بیشتر در اطراف ذرات بزرگتر پدید می‌آیند. در واقع یک اندازه ذره

بحرانی وجود دارد که در زیر آن، ریزترک پدید نمی‌آید. این نوع کامپوزیت‌ها از استحکام پایینی برخوردار هستند اما شوک‌پذیری بالایی دارند.

۲-۲- آلومینا و ذرات زیرکونیای نیمه پایدار شده

John و Claussen از نخستین کسانی بودند که بر روی سیستم Al_2O_3/PSZ تحقیق کرده‌اند [۷-۴]. پس از آن‌ها، Lange این نوع کامپوزیت‌ها را با درصد‌های مختلف PSZ و با استفاده از پرس داغ ساخت [۱۰-۸]. آن‌ها ویژگی‌های مکانیکی این قطعات را بررسی کردند و دریافتند که استحکام و چقرمگی شکست این نوع کامپوزیت‌ها با افزایش مقدار درصد زیرکونیا، افزایش، اما مقدار سختی و ثابت کشسان آن‌ها کاهش می‌یابد. علت افزایش چقرمگی و استحکام، وجود دگرگونی فازی پدید آمده از تنش می‌باشد اما کاهش مقدار سختی و ثابت کشسان، به دلیل پیروی از قانون مخلوط در مورد این ویژگی‌هاست. در واقع ذرات زیرکونیا از سختی و ثابت کشسان پایین‌تری نسبت به آلومینا برخوردارند [۸].

عامل دیگری که بر ویژگی این گونه کامپوزیت‌ها موثر است، اندازه ذرات PSZ می‌باشد. Hever و همکارانش پایداری ذرات زیرکونیای نیمه پایدار را با اندازه دانه‌های مختلف در کامپوزیت‌های ZTA بررسی کردند [۴]. از جمله عوامل اصلی که در مورد اندازه ذرات زیرکونیا مطرح می‌باشند، می‌توان از انرژی و کرنش سطحی، تغییر انرژی آزاد شیمیایی دگرگونی فازی و امکان جوانه زنی دگرگونی فازی مارتزیتی نام برد. با توجه به تحقیقات انجام شده، بیشترین چقرمگی شکست در این سیستم، در ریزساختاری شامل آلومینا به همراه هر دو فاز زیرکونیای (تتراگونال و مونوکلینیک) با اندازه دانه حدود $5 \mu m$ به دست می‌آید. اما از طرف دیگر، مقاومت به سایش کامپوزیت‌های ZTA در مقایسه با آلومینای خالص، اندکی کاهش می‌یابد. علت این امر، انجام دگرگونی فازی پدید آمده از تنش در سطح و ایجاد ریزترک‌ها می‌باشد که باعث افزایش فرسایش چنین قطعاتی می‌شود.

۲-۳- آلومینا و آگلومره‌های پراکنده PSZ

این نوع کامپوزیت‌ها، نخستین بار توسط Evans و Stevense ساخته شدند [۱۱]. ساختار این کامپوزیت‌ها، شامل یک زمینه آلومینایی با ذرات درشت PSZ (از ۲۵-۵ میکرومتر) می‌باشد. چقرمگی شکست قطعات ساخته شده از این نوع کامپوزیت، در حدود $13/5 MPa.m^{1/2}$ و استحکام آن در حدود $250 MPa$ بود. آن‌ها، این سیستم را با سیستم‌های دیگری مانند کامپوزیت‌ها ZTA که دارای ذرات بسیار ریز زیرکونیا (زیر یک میکرومتر) بوده مقایسه کرده و به این نتیجه رسیدند که در سیستمی که از آگلومره‌ها و ذرات درشت استفاده شده است، استحکام، به دلیل بالا رفتن مقدار عیوب در هنگام فرایند سینتر (به‌عنوان مثال پدید آمدن تخلخل زیاد)، نسبت به سیستم‌های دارای ذرات ریز، کاهش می‌یابد. اما از طرفی افزایش اندازه ذرات زیرکونیا، باعث افزایش پهنای منطقه فرایند (ناحیه‌ای که دگرگونی فازی در آن انجام شده است) می‌شود و افزایش چقرمگی شکست در این سیستم، افزایش می‌یابد. سازوکارهای اصلی افزایش چقرمگی در این سیستم، انحراف ترک و دگرگونی فازی پدید آمده از تنش می‌باشد. البته سازوکار ریزترک نیز می‌تواند موثر باشد.

۲-۴- آلومینا و ذرات زیرکونیا به صورت آگلومره و بلوری

این نوع کامپوزیت‌ها نیز مخلوطی از حالت اول و دوم می‌باشند [۱۲].

۳- فعالیت‌های تجربی

پودرهای آلومینا (MR 70-Martinswerk) و زیرکونیا (TZ-3Y, Tosoh) با نسبت‌های ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا، در آسیاب گلوله‌ای ماهواره‌ای از جنس پلی اتیلن و به صورت تر، به مدت دو ساعت مخلوط شدند. سپس از پودرهای به دست آمده، قطعات مورد نظر، توسط پرس تک محوره ساخته شدند.

پخت نمونه‌ها، در کوره الکتریکی آزمایشگاهی Carbolite ساخت کشور انگلستان مدل HTF 18 / 10 با رشته‌های حرارتی مولیبدن دی سلیساید (MoSi_2) و با قابلیت رسیدن به دمای حداکثر 1800°C انجام شد. نمونه‌ها در بستری از پودر آلومینا قرار داده شده و عملیات گرمایش با سرعت $5^\circ\text{C}/\text{min}$ تا دمای مورد نظر و با زمان ماندگاری ۱۲۰ دقیقه در دمای حداکثر، برای نمونه‌ها اعمال شد. پس از انجام فرایند پخت، چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس، مطابق روش استاندارد (C373 ASTM) و استحکام خمشی نمونه‌های ساخته شده به روش چهار نقطه‌ای، اندازه‌گیری شد. نمونه‌ها، به شکل مکعب مستطیل‌هایی با ابعاد $12 \times 23 \times 50$ بودند. برای از بین بردن هر گونه عیوب سطحی احتمالی، نمونه‌ها پس از پخت، تحت عملیات سایش قرار گرفتند. همچنین لبه‌های نمونه‌ها نیز تحت زاویه 45° درجه، به وسیله کاغذ سنباده از جنس SiC (شماره ۱۵۰) گرد شدند. استحکام خمشی نمونه‌ها توسط دستگاه Instron Universal Testing Machine 1196 ساخت کشور انگلستان انجام گرفت. در این آزمایش، سرعت حرکت فک‌ها $0.5 \text{ mm}/\text{min}$ بود. مقدار فاز تتراگونال موجود در نمونه‌ها با استفاده از روش پراش پرتو X اندازه‌گیری شد [۱۳]. این روش، نخستین بار توسط Garvie به کار گرفته شده است. در این روش، با استفاده از رابطه زیر، مقدار فاز منوکلینیک موجود در نمونه‌ها اندازه‌گیری شد:

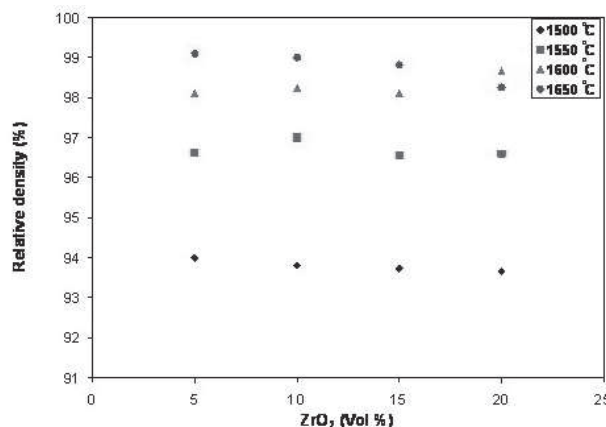
$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1})}{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1}) + I_l(111)}$$

در این رابطه، I_m و I_l به ترتیب شدت پیک‌های فازهای منوکلینیک و تتراگونال و X_m کسر فاز منوکلینیک موجود در ماده می‌باشد. چقرمگی نمونه‌ها به روش Chantikul اندازه‌گیری شد [۱۴]. در این روش، ابتدا توسط فرورونده ویکرز ترک اولیه‌ای پدید می‌آوردند، سپس استحکام خمشی نمونه‌ها، به روش چهار نقطه‌ای و یا سه نقطه‌ای اندازه‌گیری شده و به وسیله رابطه‌ای مقدار چقرمگی را می‌توان محاسبه نمود.

۴- بحث و نتایج

۴-۱- اندازه‌گیری چگالی

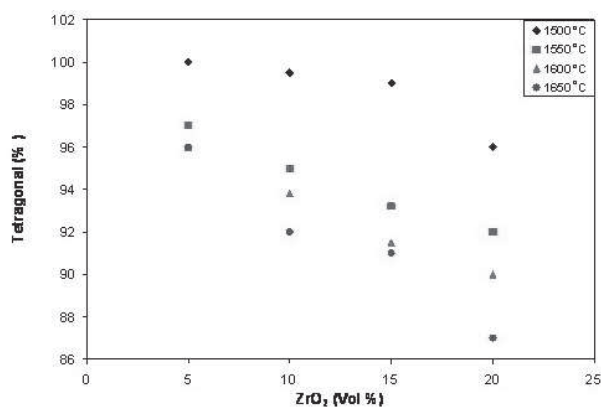
همان طور که در شکل ۱ دیده می‌شود، مقدار چگالی نسبی نمونه‌ها، با افزایش درصد حجمی فاز تتراگونال کاهش می‌یابد. این کاهش چگالی می‌تواند به دلیل سینترپذیری متفاوت ذرات زیرکونیا نسبت به فاز زمینه (آلومینا) باشد. به دلیل تفاوت ضرایب انبساط حرارتی فازهای آلومینا و زیرکونیا، مقداری عیب در ریزساختار به وجود می‌آید که می‌توان به عنوان نمونه به پدید آمدن تخلخل اشاره کرد. همچنین به نظر می‌رسد که چگالی نمونه‌های دارای مقدار ثابت زیرکونیا، با افزایش دمای سینتر افزایش می‌یابد.



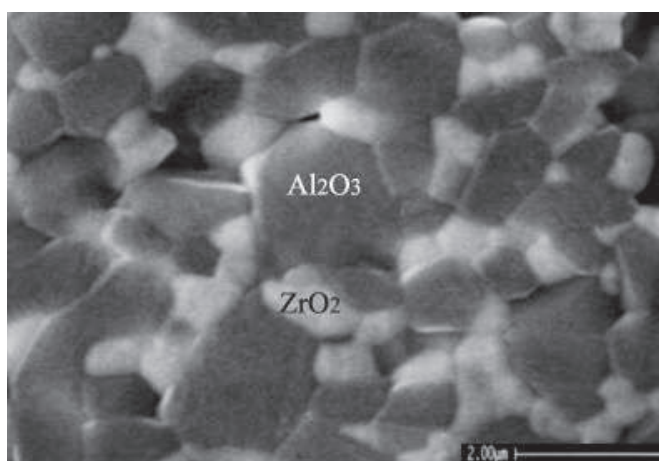
شکل ۱- تغییرات مقدار چگالی نسبی نمونه‌های کامپوزیت، به عنوان تابعی از درصد حجمی فاز زیرکونیای تتراگونال در دماهای گوناگون.

۴-۲- اندازه‌گیری درصد فاز زیرکونیای تتراگونال

همان طور که در شکل ۲ مشاهده می‌شود، با افزایش مقدار درصد فاز زیرکونیا، مقدار فاز مونوکلینیک در ساختار افزایش می‌یابد. همچنین بالا رفتن دمای سینتر نیز مقدار فاز مونوکلینیک را در ساختار افزایش می‌دهد. بیشترین مقدار فاز مونوکلینیک مربوط به ترکیبی است که دارای ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا و در دمای 1650°C سینتر شده است. تحقیقات انجام شده نشان می‌دهد که یک اندازه ذره بحرانی وجود دارد که در بالای آن، ذرات زیرکونیا، نمی‌توانند به صورت تثبیت شده (فاز تتراگونال نیمه پایدار) در دمای پایین باقی بمانند. این اندازه ذرات بحرانی تحت تاثیر عواملی می‌تواند تغییر کند. یکی از این عوامل اثر محیط اطراف ذره می‌باشد [۵۴]. چنانچه ماده‌ای که ذرات زیرکونیا را احاطه کرده دارای ثابت کشسان بالاتری نسبت به زیرکونیا باشد، این اندازه ذرات بحرانی به سمت ذرات بزرگتر میل می‌کند. به‌طور مثال، در کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا، ثابت کشسان فاز آلومینا حدود دو برابر فاز زیرکونیا می‌باشد ($E_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 390 \text{ MPa}$, $E_{\text{ZrO}_2} = 210 \text{ MPa}$) بنابراین اندازه ذرات بحرانی تا حدود $1 \mu\text{m}$ می‌تواند افزایش یابد. این در حالی است که این اندازه برای ریزساختاری شامل ۱۰۰ درصد فاز زیرکونیا در حدود $0.3 \mu\text{m}$ می‌باشد. به این اثر، محدودیت اعمالی از طریق زمینه گویند [۵۴].



شکل ۲- تغییرات مقدار درصد فاز تتراگونال بر حسب درصد حجمی زیرکونیا در دماهای مختلف.



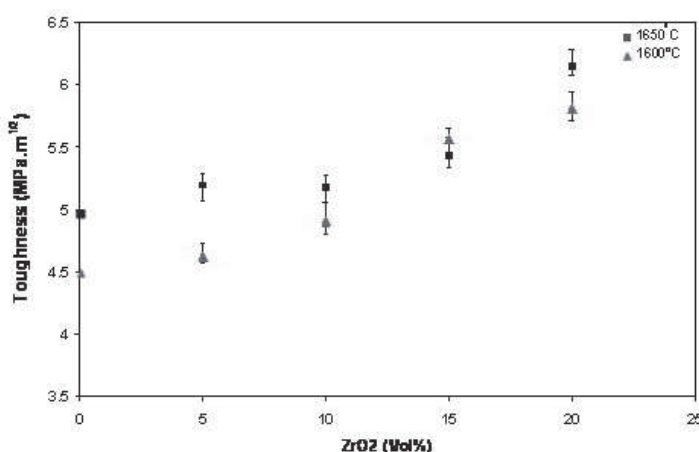
شکل ۳- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ریزساختار کامپوزیت آلومینا با ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا که در دمای 1650°C درجه سانتی‌گراد سینتر شده است (نمونه در دمای 1500°C و به مدت ۲۰ دقیقه اچ حرارتی شده).

با افزایش درصد فاز زیرکونیا، به دلیل کاهش مقدار فاز آلومینا و کاهش ثابت کشسان کامپوزیت و در نتیجه کاهش محدودیت اعمالی از طریق زمینه و اندازه ذرات بحرانی، مقدار فاز تتراگونال کاهش می‌یابد. با افزایش دمای سینتر نیز دانه‌های زیرکونیا رشد می‌کند و درصد بیشتری از آن‌ها از اندازه ذرات بحرانی بزرگتر

می‌شوند که این حالت سبب کاهش درصد فاز زیرکونیای تتراگونال در ساختار خواهد شد. در شکل ۳ ریزساختار کامپوزیت آلومینا / زیرکونیا که دارای ۲۰ درصد حجمی زیرکونیاست مشاهده می‌شود. همان‌طور که در تصویر مشخص است، اندازه ذرات زیرکونیا در حدود ۱ میکرومتر هستند و بنابراین به‌نظر می‌رسد که این ذرات می‌توانند به صورت فاز تتراگونال در ساختار باقی بمانند.

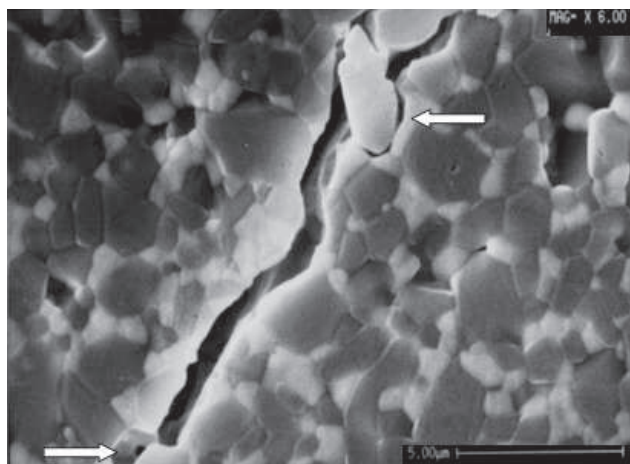
۴-۳- اندازه‌گیری چقرمگی شکست

همان‌طور که در شکل ۴ مشخص است، با افزایش درصد حجمی فاز زیرکونیا، مقدار چقرمگی افزایش می‌یابد. بیشترین مقدار چقرمگی مربوط به ترکیبی با ۲۰٪ حجمی زیرکونیا می‌باشد که در دمای 1650°C سینتر شده است. این مقدار در حدود $6/2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ می‌باشد.

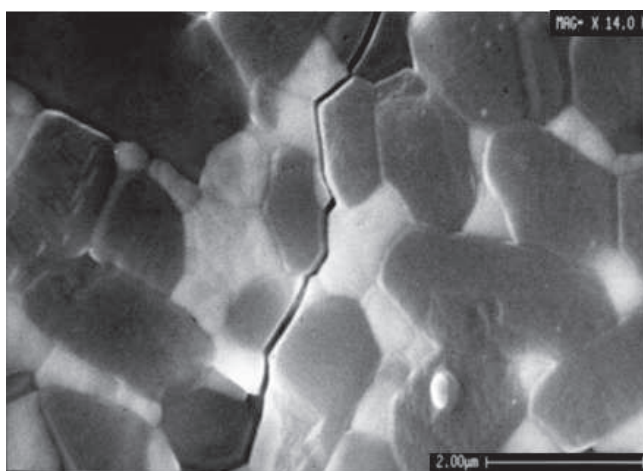


شکل ۴- تغییرات چقرمگی شکست کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا برحسب درصد حجمی فاز زیرکونیا.

با مطالعه نتایج به‌دست آمده توسط محققین دیگر، باید اشاره کرد که مقدار افزایش چقرمگی در این نوع کامپوزیت‌ها به‌طور کامل وابسته به نوع ساختار است [۴]. شکل ذرات زیرکونیا می‌تواند عامل تعیین‌کننده‌ای در مقدار چقرمگی باشد. همان‌طور که پیشتر به آن اشاره شد، چهار ریزساختار گوناگون در کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا وجود دارند [۴]. در کامپوزیت ساخته شده در این پژوهش، با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (شکل ۳) مشاهده می‌شود که اندازه ذرات فاز زیرکونیا در این کامپوزیت متفاوت است. اما بیشتر این ذرات در حدود ۱ میکرومتر هستند. بر اساس پژوهش‌های انجام شده، به‌نظر می‌رسد که ساختار این نوع کامپوزیت از نوع آلومینا به همراه ذرات تک بلور زیرکونیای نیمه پایدار شده با ایتریا باشد [۴]. تحقیقات نشان داده است که یک اندازه ذرات بحرانی وجود دارد که در بالای آن، ذرات زیرکونیا قابلیت انجام دگرگونی فازی تتراگونال به مونوکلینیک را در دماهای پایین نخواهند داشت و دمای انجام این دگرگونی فازی به دماهای بالاتر منتقل می‌شود [۵]. با توجه به اندازه ذرات زیرکونیا در این کامپوزیت، به‌نظر می‌رسد که ذرات قابلیت انجام دگرگونی فازی را در دماهای پایین داشته باشند. همچنین با توجه به الگوی پراش پرتو X گرفته شده از نمونه‌ها، درصد بالایی از ذرات زیرکونیا در ریزساختار به صورت تتراگونال هستند که امکان وجود سازوکار انجام دگرگونی فازی به دلیل اعمال تنش را نشان می‌دهد. از طرف دیگر با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) که مسیر رشد ترک را نشان می‌دهند، می‌توان دریافت که رشد ترک در این سیستم بیشتر به صورت بین دانه‌ای بوده و توجه به این نکته، به‌نظر می‌رسد که ذرات زیرکونیا سبب انحراف مسیر ترک شده‌اند. علاوه بر این، بیرون کشیده شدن ذرات در هنگام رشد ترک نیز مشاهده شده که این مساله نشان می‌دهد که استحکام در داخل دانه‌ها بالاست. این بیرون کشیده شدن دانه‌ها و در اصطلاح پل زدن آن‌ها بر روی ترک، باعث کاهش نیروی جلو برنده ترک می‌شود (شکل‌های ۵ و ۶).



شکل ۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از رشد ترک و کشیده شدن دانه‌ها در کامپوزیت آلومینای تقویت شده با ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا که در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد سینتر شده است (نمونه در دمای ۱۵۰۰ °C و به مدت ۲۰ دقیقه اچ حرارتی شده).

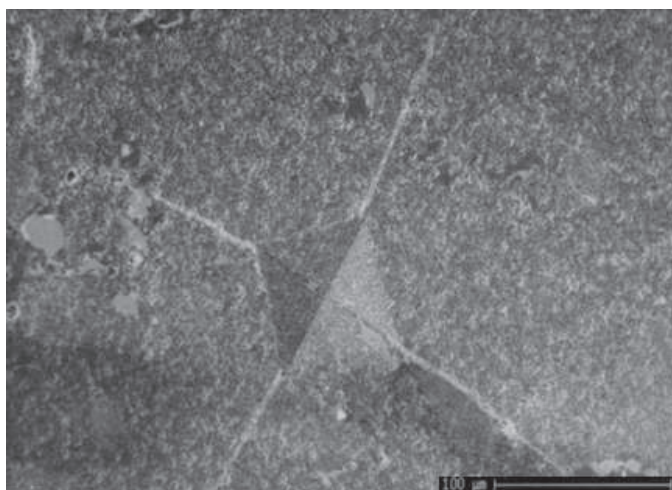


شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از رشد و انحراف مسیر ترک در کامپوزیت آلومینا تقویت شده با ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا که در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد سینتر شده است. (نمونه در دمای ۱۵۰۰ °C و به مدت ۲۰ دقیقه اچ حرارتی شده).

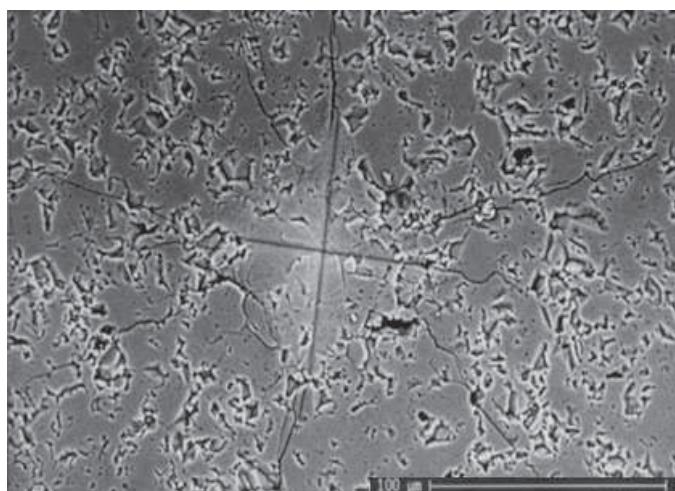
به طور کلی، وجود ذرات سخت در یک سیستم، باعث پدید آمدن سازوکار انحراف ترک خواهد شد. همچنین به دلیل وجود اختلاف در ضرایب انبساط حرارتی ذرات زیرکونیا با فاز زمینه و ایجاد تنش‌های فشاری به صورت محیطی در اطراف ذره، ترک در هنگام برخورد به این حوزه تنشی از مسیر خود منحرف می‌شود. سازوکار دیگری که می‌تواند باعث افزایش چقرمگی در این سیستم شود، پدید آمدن ریز ترک است. همانطور پیشتر اشاره شد، ایجاد ریز ترک در این ریزساختار علت‌های گوناگونی دارد. با توجه به کاهش مقدار استحکام نمونه‌های دارای فاز زیرکونیا نسبت به نمونه‌هایی از جنس آلومینای خالص، به نظر می‌رسد که سازوکار ایجاد ریز ترک نیز در این کامپوزیت وجود دارد.

تصویر ۷ سطح مقطع صیقلی شده‌ای از این نوع کامپوزیت را نشان می‌دهد که ترکی توسط فرورونده ویکرز با نیروی ۱۰۰ نیوتن در آن پدید آمده است. با مقایسه این تصویر با شکل ۸ به نظر می‌رسد که ترک‌های پدید آمده در این نمونه، کوچکتر از ترک‌های ایجاد شده در نمونه‌های ساخته شده از جنس آلومینا می‌باشد که این امر نیز افزایش چقرمگی نمونه‌های کامپوزیت آلومینا / زیرکونیا را اثبات می‌کند. با توجه به مطالب اشاره شده، به نظر می‌رسد که هر سه سازوکار افزایش چقرمگی، یعنی دگرگونی فازی انجام شده به دلیل اعمال تنش، ایجاد ریز ترک و انحراف مسیر ترک در این ریزساختار وجود دارند و علت افزایش چقرمگی در این

کامپوزیت را می‌توان به هر سه سازوکار نسبت داد.



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه آلومینایی تقویت شده با ۲۰ درصد حجمی زیرکونیا که در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد سینتر شده است و ترکی توسط فرو رونده ویکرز با نیروی ۱۰۰ نیوتن در آن پدید آمده (نمونه در دمای ۱۵۰۰ °C و به مدت ۲۰ دقیقه اچ حرارتی شده).

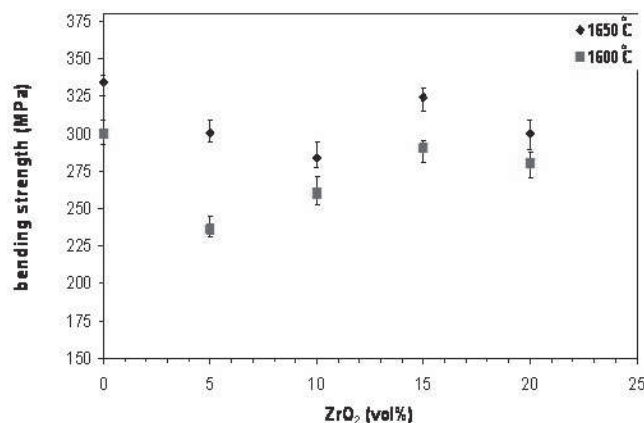


شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از ترک‌های پدید آمده توسط فرو رونده ویکرز با نیروی ۱۰۰ نیوتن بر روی نمونه آلومینایی که در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد سینتر شده است. (نمونه در دمای ۱۳۰۰ °C و به مدت ۳۰ دقیقه اچ حرارتی شده).

در منابع گوناگون، چقرمگی این نوع کامپوزیت‌ها مطالعه شده است. نتایج به‌دست آمده، همگی افزایش مقدار چقرمگی را با افزایش مقدار درصد فاز زیرکونیا تایید می‌کنند. اما عدد به‌دست آمده برای چقرمگی در منابع مختلف، متفاوت است [۵۴]. یکی از دلایل این تفاوت‌ها، استفاده از روش‌های گوناگون در اندازه‌گیری چقرمگی شکست است. به‌عنوان مثال، عددهای به‌دست آمده در روش‌های اندازه‌گیری مستقیم طول ترک با روش‌های ایجاد ترک اولیه و سپس اندازه‌گیری استحکام، متفاوت می‌باشد. در منابع آمده که عددهای به‌دست آمده از روش اندازه‌گیری مستقیم طول ترک بزرگتر از عددهای به‌دست آمده به‌روش‌های اندازه‌گیری استحکام است. روش‌های بر پایه اندازه‌گیری استحکام نیز با هم متفاوت می‌باشند [۱۵]. همچنین اندازه نمونه استحکام و نوع اندازه‌گیری استحکام (سه نقطه‌ای و یا چهار نقطه‌ای) نیز بر روی عدد به‌دست آمده موثر است. علاوه بر این موارد، ریزساختار نمونه، به‌عنوان مثال اندازه دانه نیز در مقدار چقرمگی موثر می‌باشد. همه این‌ها، مواردی هستند که به هنگام گزارش عدد چقرمگی به آن‌ها اشاره نمی‌شوند.

۴-۴- استحکام

همانطور که در شکل ۹ نشان داده شده، با افزایش مقدار درصد فاز زیرکونیا، در بیشتر موارد، استحکام کاهش می‌یابد. اما با افزایش دمای سینتر، مقدار این کاهش کمتر می‌شود. بهترین ترکیب از نظر استحکام، ترکیبی با ۱۵٪ حجمی زیرکونیا و دمای سینتر 1650°C می‌باشد. این ترکیب، استحکامی در حدود 300 MPa دارد که در حدود استحکام نمونه‌های از جنس آلومینای خالص می‌باشد.



شکل ۹- تغییرات استحکام خمشی کامپوزیت‌های آلومینا/زیرکونیا بر حسب درصد حجمی زیرکونیا.

با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از ریزساختار این کامپوزیت‌ها که در قسمت‌های پیش نشان داده شد (شکل‌های ۵ و ۶)، می‌توان دریافت که ذرات زیرکونیا در زمینه آلومینا در اندازه‌های مختلفی وجود دارند. این ذرات، محدوده ابعادی را از زیر یک میکرومتر تا ۵ میکرومتر شامل می‌شوند. تغییرات استحکام در کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا تحت تاثیر سازوکارهای افزایش چقرمگی است. به‌طور کلی، مطابق رابطه گریفیث، با افزایش چقرمگی، مقدار استحکام نیز افزایش می‌یابد ولی این مساله در صورتی صحیح است که سازوکار افزایش چقرمگی باعث افزایش مقدار عیوب در ساختار نشود. به‌طور مثال، در کامپوزیت‌های آلومینا / زیرکونیا، سازوکارهای دگرگونی فازی انجام شده، به‌دلیل اعمال تنش و انحراف ترک، می‌تواند تاثیر مثبتی بر روی استحکام داشته باشند. اما سازوکار ایجاد ریزترک، اثر منفی بر روی استحکام دارد و باعث کاهش استحکام می‌شود. از آنجا که در این نوع کامپوزیت، به‌طور معمول، هر سه سازوکار با هم عمل می‌کنند، بنابراین بسته به این که کدام یک نقش بیشتری را در افزایش چقرمگی دارند، مقدار استحکام می‌تواند متفاوت باشد. با توجه به کاهش نسبی استحکام در نمونه‌ها، به‌نظر می‌رسد که سازوکار ایجاد ریز ترک، نقش مهمی در افزایش چقرمگی داشته است.

به‌طور کلی، ریز ترک‌ها در این ساختار به چند دلیل پدید می‌آیند. نخست، ریز ترک‌های باقیمانده‌ای هستند که به‌دلیل تغییر حجم ناشی از انجام دگرگونی فازی زیرکونیای تتراگونال به فاز مونوکلینیک به هنگام سرمایش از دمای سینتر به‌وجود می‌آیند. دسته بعد، ریز ترک‌هایی هستند که به‌دلیل انجام دگرگونی فازی پدید آمده ناشی از تنش در هنگام شکست قطعه و در اثر اعمال تنش به قطعه پدید می‌آیند. اما دسته دیگر، ریز ترک‌هایی هستند که به‌دلیل اختلاف ضرایب انبساط حرارتی فازهای آلومینا و زیرکونیا و تفاوت در مقدار انقباض در هنگام سینتر و در هنگام سرد شدن، حاصل می‌شوند. با توجه به شکل ۲، مقدار فاز مونوکلینیک در نمونه‌ها کم می‌باشد، بنابراین به‌نظر می‌رسد که ریز ترک‌های ایجاد شده بیشتر در هنگام شکست، یا در هنگام سرمایش از دمای سینتر به وجود آمده باشند. علاوه بر این، وجود ذرات بزرگ (آگلومره‌ها) نیز می‌تواند یکی از عوامل کاهش استحکام باشد. به دلیل متفاوت بودن ضرایب انبساط حرارتی آلومینا ($6 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$) و زیرکونیا ($10 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$)، رفتار سینتر شدن این دو متفاوت می‌باشد. این امر سبب پدید آمدن تخلخل و به‌طور کلی باعث بالا رفتن عیوب در ریزساختار و در نتیجه، افت نسبی استحکام می‌شود. کاهش چگالی

نسبی قطعات با افزایش مقدار زیرکونیا نیز دلیلی بر اثبات این امر است [۱۶و۴].

۵- نتیجه گیری

۱- با توجه به مطالعات میکروسکوپ الکترونی بر روی نمونه‌های کامپوزیت آلومینا / زیرکونیایی، به نظر می‌رسد که ریزساختار کامپوزیت به دست آمده، از نوع آلومینا، به همراه تک بلورهای زیرکونیا می‌باشد که اندازه این تک بلورها زیر ۱ میکرومتر است.

۲- با توجه به نتایج به دست آمده از آنالیز فازی، باید اشاره کرد که با افزایش درصد زیرکونیا، مقدار فاز مونوکلینیک در نمونه‌ها افزایش می‌یابد. همچنین، افزایش دمای سینتر نیز، مقدار فاز مونوکلینیک را در ساختار افزایش می‌دهد. بیشترین مقدار فاز مونوکلینیک، مربوط به ترکیبی دارای ۲۰ درصد حجمی زیرکونیاست که در دمای 1650°C سینتر شده است.

۳- با محاسبه مقدار فاز تتراگونال، به کمک تکنیک پراش پرتو ایکس، XRD مشاهده شد که با افزایش مقدار درصد زیرکونیا، مقدار فاز مونوکلینیک در ساختار افزایش می‌یابد. همچنین در بیشتر نمونه‌ها، مقدار چگالی با افزایش درصد فاز تتراگونال کاهش و چگالی نمونه‌های دارای مقدار ثابت زیرکونیا نیز با افزایش دمای سینتر، کاهش می‌یابند.

۴- در مورد چقرمگی نمونه‌های کامپوزیت آلومینا / زیرکونیایی، با توجه به نتایج، مشاهده می‌شود که با افزایش درصد حجمی زیرکونیا، مقدار چقرمگی افزایش می‌یابد. بیشترین مقدار چقرمگی مربوط به ترکیبی با ۲۰٪ حجمی زیرکونیاست که در دمای 1650°C سینتر شده است. این مقدار در حدود $6/2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ می‌باشد.

۵- با افزایش مقدار درصد زیرکونیا، در بیشتر موارد، استحکام کاهش می‌یابد. اما با افزایش دمای سینتر، مقدار این کاهش کمتر می‌شود. بهترین ترکیب از نظر استحکام، ترکیبی با ۱۵٪ حجمی زیرکونیا و دمای سینتر 1650°C می‌باشد.

منابع

1. E. D. Whitney, "Ceramic Cutting Tools" William Andrew Publishing, (1994).
2. Mitsuhiro Furukawa, "Alumina Ceramic Tools", Ceramic Bulletin, Vol. 62, No. 12 (1983).
3. Nils Claussen, "Fracture Toughness of Al_2O_3 with an Unstabilized ZrO_2 Dispersed Phase", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 59, No. 1-2, pp. 49-51 (1976).
4. J. Wang, R. Stevens, "Review Zirconia-Toughened Alumina (ZTA) Ceramics", Journal of Materials science, 24 pp. 3421-3440 (1989).
5. F. F. Lange, "Transformation Toughening part 1 Size Effects Associated With the Thermodynamics of Constrained Transformations", Journal of Materials science, 17 pp. 225-234 (1982).
6. H. Ruf and Anthony G. Evans, "Toughening by Monoclinic Zirconia", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 66, No. 5, pp. 328-332 (1983).
7. A. H. Heuer, N. Claussen and M. Ruhle, "Stability of Tetragonal ZrO_2 Particles in Ceramic Matrices", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 65, No. 12, pp. 642-650 (1982).
8. F. F. Lange, "Transformation Toughening part 3 Experimental Observations in the ZrO_2 - Y_2O_3 System", Journal of Materials science, 17 pp. 240-246 (1982).
9. F. F. Lange, "Transformation Toughening part 4 Fabrication, Fracture Toughness and Strength of Al_2O_3 - ZrO_2 Composite", Journal of Materials science, 17 pp. 247-254 (1982).
10. F. F. Lange, "Transformation Toughening part 5 Effect of Temperature and Alloy on Fracture Toughness", Journal of Materials science, 17 pp. 255-262 (1982).
11. R. Stevens and P.A. Evans, "Transformation Toughening by Dispersed Polycrystalline Zirconia", Br. Ceram. Trans. J., 83, pp 28-31, (1984).
12. J. Wang, R. Stevens, "Toughening Mechanisms in Duplex Alumina-Zirconia



- Ceramics", Journal of Materials science, 23 pp. 804-808 (1988).
13. Ronald C. Garvie and Patck S. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia Systems", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 55, No. 6, pp. 303-305 (1972).
 14. P. Chantikul, G. R. Anstis, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 64, No. 9, pp. 539-545 (1981).
 15. Michael V. Swain and Nils Claussen, "Comparison of KIC Values for Al₂O₃-ZrO₂ Composites Obtained from Notched-Beam and Indentation Strength Techniques", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 65, pp. C27-C29 (1983).

