

دراسة التركيب المجهرى وبعض الخواص الميكانيكية للمواد المترابطة ذات اساس السيراميكي

سالم عزيز كاكو/مدرس مساعد /المعهد الفني اربيل

الخلاصة

يهدف البحث الحالي إلى دراسة التركيب المجهرى وبعض الخواص الميكانيكية للمواد المترابطة ذات الاساس السيراميكي. تم استخدام مسحوق الألومينا كمادة سيراميكية حيث تم كبسها تحت ضغوط كبس مختلفة (58 MPa ، 117 MPa و 176 MPa) في قالب معدني، ثم اجريت عليه عملية التلييد عند (1200°C) ولمدة ساعتين وبعد حساب نسبة المسامية للنماذج السيراميكية الملبدة تم تسخينها الى (700°C) و من ثم غمرها بمنصهر المنيوم النقى ومنصهر سبيكة المنيوم-2.26% مغنيسيوم وبعد ذلك تم التسخين داخل الفرن إلى درجة حرارة (1000°C) ولمدة نصف ساعة، ومن ثم تبريد المنصهر إلى درجة حرارة (650°C). اظهرت نتائج الفحوصات المجهرية والفحص بحيود الاشعة السينية وجود مناطق مختلفة الصلادة وذات تراكيب والاطوار مختلفة هي المحلول الصلب وطور سبيل ، كما لوحظ من النتائج أن قوة الربط ما بين الاساس الالومينا السيراميكي و المنيوم النقى او منصهر المنيوم-2.26% مغنيسيوم المترسب يعتمد على نوع المنصهر المعدني ونسبة المغنسيوم فيه.

Study of Microstructure and Some Mechanical Properties of Ceramic Matrix Composite Material

Salim Aziz Kako / Assist. Lecturer /Erbil Technical Institute

Abstract

The aim of this research is to study microstructure and some mechanical properties of ceramic matrix composite material. Powder of Al_2O_3 was used as ceramic material after had been pressed by different pressures (58 Mpa, 117 Mpa and 176 Mpa) in metallic mold. The

sintering process has been preformed at 1200°C for two hours. After that, the porosity percentage has been measured and the samples were heated to 700°C and then immersed in the molten pure aluminum and (Al-2.26% Mg), and heated to about 1000°C for half an hour. Then, the samples were cooled to 650°C. Microscopic tests and x-ray diffraction analysis has revealed zones with different hardness and with different structures. Moreover, the results showed that the adhesion between the ceramic matrix and the deposited metal depends on the molten metal type and the percentage of magnesium content of aluminum.

Keywords: Composites, Ceramic-metal bonding, Infiltration

المقدمة

قبل في 2006/9/3

أستلم في 2005/12/5

تعرف المواد المترابكة (Composite material) بانها المواد التي تتكون من مادتين (طورين) او اكثر والتي يمكن التمييز بينهما بالمجهر الضوئي أو المجهر الإلكتروني الماسح. تمتلك المواد المترابكة خواص ميكانيكية جيدة منها الجساءة (Stiffness)، المقاومة، خفة الوزن، الاداء الجيد في الدرجات الحرارة العالية، مقاومة التاكل، الصلادة العالية و الموصلية (Conductivity) [1] [2] وتعتمد هذه الخواص على كل من مادة الأساس (Matrix) وعلى نوعية مادة التقوية (Reinforcement) وتوزيعها وكذلك تعتمد ايضا على طبيعة السطح البيني (Interface) ما بين الأطوار [3].

ويمكن تصنيف المواد المترابكة اعتماداً على نوعية مادة الاساس الى : [4]

- مواد مترابكة ذات أساس بوليميري. Polymer Matrix Composites
- Metal Matrix Composites .
- مواد مترابكة ذات أساس سيراميكي. Ceramic Matrix Composites

إن أهم استخدامات المواد المترابكة في الوقت الحاضر يتركز في المواد الهيكلية Structural materials وفي التطبيقات الإلكترونية [5] والمغناطيسية والبصرية [6]. كما ظهرت الحاجة إلى استخدامها في تطبيقات السيطرة الحرارية Thermal control devices

الإلكترونية Electronic packaging [7]. إن الإيفاء بمتطلبات هذه التطبيقات يتطلب استخدام مواد يتوفر فيها خواص فيزيائية و ميكانيكية ذات علاقات مباشرة مثل الموصلية الحرارية العالية ومعامل التمدد الحراري بالإضافة إلى المتانة العالية. فقد استخدمت تقنيات مختلفة لإنتاج منها الربط الانتشاري في الحالة الصلبة Solid state diffusion

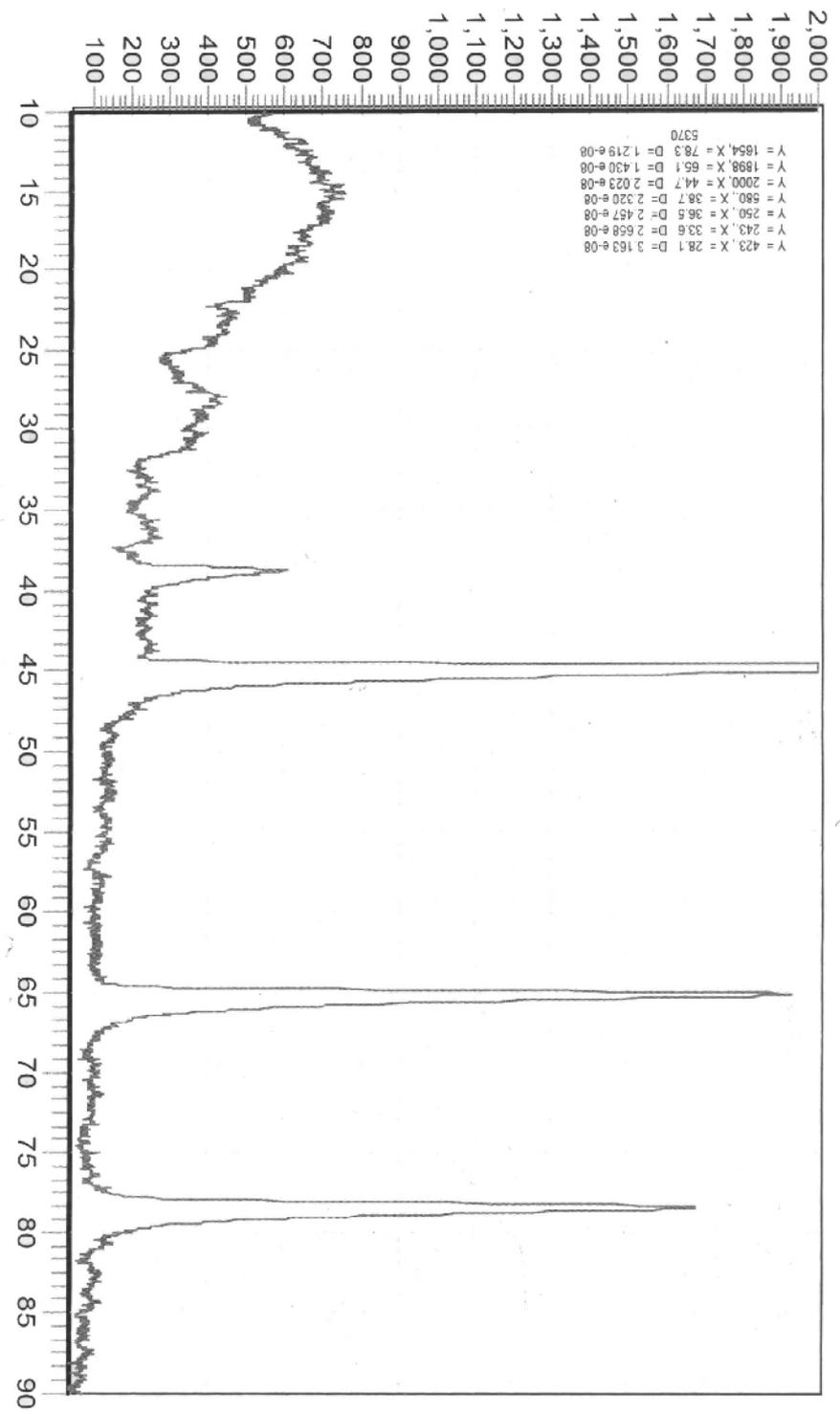
[8] Resin bonding.

الصلبة لمواد سيراميكية ومعنوية مثل الذهب والبلاتين يعطي خواص ميكانيكية جيدة ولكن هذه الطريقة محدودة الاستخدام لتكوينها سطوح ربط رقيقة السمك، كما أنها تحتاج إلى إجراء عمليات الصقل والتنعيم للسطوح قبل الربط [9] إضافة إلى الكلفة العالية للإنتاج لذلك تركزت البحوث في الوقت الحاضر على إيجاد طرق أخرى لإنتاج هذه المواد المترابطة منها التشبييع Infiltration والتغطيس بالحالة السا [].

طرائق العمل و المواد المستخدمة: Materials Used and Procedure Methods

١ - مسحوق أوكسيد الألمنيوم (الألومينا)

استخدم مسحوق الألومينا Al_2O_3 α (. %) والمجهز من قبل شركة ALM-41-SUMITO-CHEMICH-COMPANY-UK ، تم قياس الحجم الحبيبية للألومينا والتوزيع الحجمي لها باستخدام جهاز Granometer من نوع Analyzer Laser 22-6 ، ويتلخص مبدأ عمل الجهاز بتعريض النموذج الذي يكون على شكل عالق أو جاف لشعاع الليزر ذي القوة الواطئة جداً ، يولد الشعاع حيوداً بزوايا مختلفة بالاعتماد على حجم ن الدقائق التي تمتلك نفس الحجم تنتشتت عند الزاوية نفسها وتعطي شدة الشعاع المشتت معلومات عن كمية هذه الدقائق. تسجل زاوية وشدة الضوء لأشعة الليزر باستخدام متحسس خاص مرتبط بجهاز حاسوب يعمل على قياس متوسط حجم الدقائق وتوزيعها الحجمي والتي أظهرت ان حجوم الحبيبات بحدود (-) مايكرون. () يوضح نتائج فحص حيود الأشعة السينية لمسحوق الألومينا المستخدم.



() مخطط حيود الأشعة السينية لسبيكة ألنيوم - . % مغنسيوم

٢ - المنصهرات المعدنية :

تم استخدام منصهرين معدنيين بتراكيب مختلفة هي الألمنيوم النقي وسبيكة الألمنيوم الحاوية على 2.26% مغنسيوم والتي تم تحضيرها بإضافة قطع من (Al-Mg))
 . (%) إلى منصهر الألمنيوم النقي التجاري و أجريت عمليات التخفيف لنسب Mg
 السبيكة للحصول على النسبة المطلوبة ثم اجري التحليل الكيماوي للسبيكة التي تم تحضيرها و
 استخدامها في البحث. () () نتائج التحليل الكيماوي لها أما نتائج فحص
 حيود الأشعة السينية فيوضحها الـ () .

الجدول (١) التحليل الكيماوي للألمنيوم النقي

| Cu % | Fe % | Mn % | Si % | Mg % | Al % |
|--------|-------|-------|--------|--------|-------------|
| 0.3062 | 0.467 | 0.028 | 0.1153 | 0.1063 | 98.977 2 |

الجدول (٢) التحليل الكيماوي لسبيكة ألمنيوم - 2.26% مغنسيوم

| Si % | Fe % | Cu % | Mn % | Mg % | Zn % |
|--------|--------|--------|---------|-------------|--------|
| 0.257 | 0.215 | 0.04 | 0.0042 | 2.26 | 0.0025 |
| Ti % | Cr % | Pb % | Ni % | Na % | Al % |
| 0.0041 | 0.3025 | 0.0004 | 0.00095 | 0.0009 5 | 96.919 |

تحضير النماذج السيراميكية :

تم استخدام الكبس لغرض إنتاج النماذج السيراميكية التي تمثل الأساس للمواد المترابطة المراد إنتاجها واستخدمت في عملية الكبس ضغوط كبس مختلفة هي (58MPa 117MPa 176MPa) . تم الكبس باستخدام قالب مصنوع من الصلب السبائكي بقطر (1.4mm) وباستخدام مكبس هيدروليكي أحادي التأثير ، تم إبقاء الضغط لمدة (ثانية) للحصول على الأجسام السيراميكية. بعد إخراج النماذج من قوالب الكبس أجريت عملية التلييد الأولي على الأجسام السيراميكية باستخدام فرن كهربائي نوع Carbolite (1200°C)
 خين بمعدل (6°C/min) لضمان عدم تكوين الشقوق والفجوات Voids
 Delamination وقد وضعت النماذج على قواعد من الألومينا النقية.
 إبقاء النماذج عند درجة حرارة التلييد لمدة ساعتين، بعد ذلك تم التبريد إلى درجة حرارة الغرفة.

حساب المسامية الظاهرية: Apparent porosity

تعرف المسامية الظاهرية Apparent porosity بأنها الكلي [] . تم استخدام مبدأ أرخميدس في احتساب المسامية الظاهرية للنماذج أو الأجسام السيراميكية التي تم تشكيلها باستخدام ضغط كبس مختلف (58MPa 117 MPa 176 MPa) والتي أجريت عليها عمليات التلييد وتم حساب المسامية باستخدام المواصفات القياسية [12] باتباع الخطوات التالية:

. تم وزن النماذج باستخدام ميزان نوع Metler 0,0001gm بعد أن تم تجفيفها عند 120°C لمدة خمس ساعات باستخدام فرن من نوع Heraeus وسجل وزن النماذج وهي (D).

. ساعات وتركنت في الماء لمدة ساعة وسجل وزن النماذج وهي موضوعة في شبكة مغمورة في الماء ومعلقة فيه وسجل الوزن (I).
. أخرجت النماذج الملبدة من الماء ومسحت بقطعة من قماش ووزنت مرة أخرى وهي جافة (S) وتم حساب المسامية باستخدام المعادلة التالية :

$$Apparent\ Porosity\% = \frac{S - D}{S - I} \times 100\%$$

حيث أن :

- D : وزن النموذج وهو بحالة جافة في الهواء ()
S : وزن النموذج وهو مشبع وجاف السطح ()
I : وزن النموذج وهو مغمور في الماء ومعلق فيه ()

عملية التغطيس بمنصهرات المعادن Infiltration

استخدمت في هذا البحث طريقة الغمر أو التغطيس بالحالة المنصهرة وذلك بترسيب طبقة من المعدن على سطوح النماذج من الألومينا الملبدة ، إذ تم تغطيس أو غمر النماذج السيراميكية في إحدى المنصهرين دنين هي الألمنيوم النقي ، سبيكة ألنيوم- . % مغنسيوم. أجريت عملية الغمر في بواق مصنوعة من الألومينا بعد أن تم وضع النماذج السيراميكية في داخل سلة مصنوعة من الحديد تم تثبيتها على إحدى البواق وتم التسخين إلى درجة حرارة (700°C) أما المنيوم النقي و سبيكة المنيوم- . %مغنسيوم فقد تم

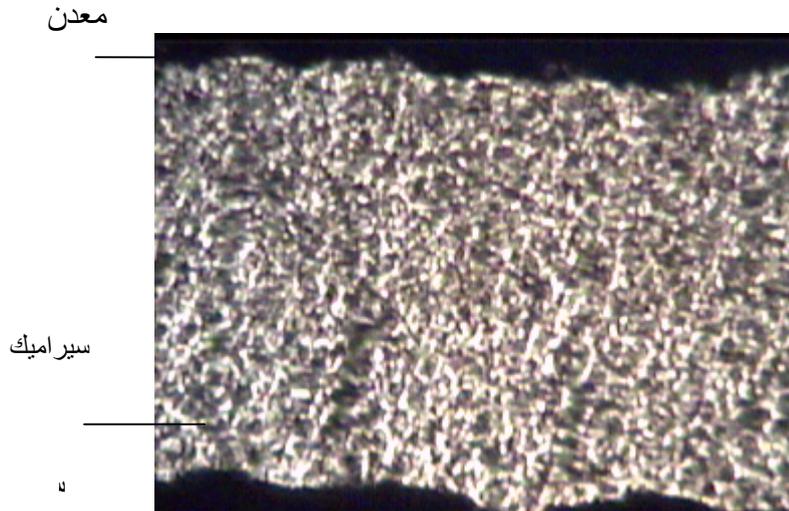
صهرهما في بودقتين في فرن كهربائي نوع Cabolite عند درجة حرارة بحدود (700°C). بعد إخراج البواقي من الفرن تم صب المنصهر على النماذج السيراميكية الموضوعية في داخل السلة الحديدية وغمرها بمنصهر معدن المنيوم النقي و معدن سبيكة المنيوم- . % مغنسيوم ثم تم إعادتها مرة أخرى إلى الفرن وتم رفع درجة حرارة (1000°C) وذلك لتقليل زاوية التبلل بالتالي تزداد تبليلة المنصهر مع نموذج السيراميكي [13]، وتم إبقاء النموذج في داخل المنصهر عند هذه الدرجة الحرارية نصف ساعة ثم إجراء عملية التبريد إلى درجة حرارة (650°C) بعدها يتم سحب النماذج من المنصهر المعدني.

الفحوصات المجهرية:

(المجهرى ، الالكترونى الماسح والفحص باستخدام حيود الاشعة السينية) وإجراء فحص الصلادة بطريقة فيكرز. تم تحضير نماذج من المواد المتراكبة وذلك بإجراء عملية التنعيم الرطب باستخدام الماء كسائل تبريد وباستخدام ورق تنعيم من نوع كربيد السليكون وبالدرجات التالية (500) (HF %) في عملية إظهار التراكيب المجهرية. المجهر Streo Scan-220 في المعهد

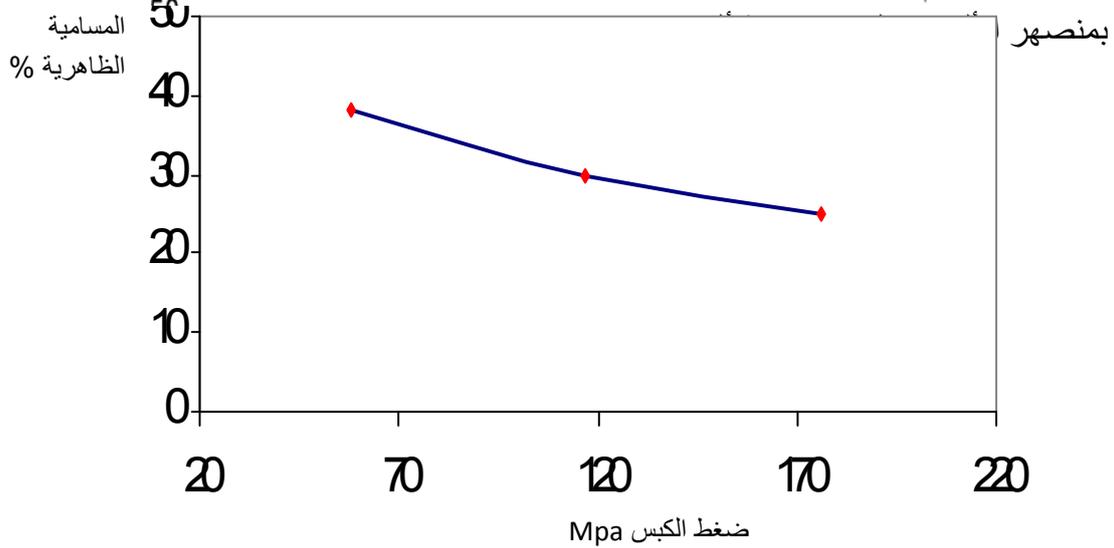
النتائج والمناقشة Results and Discussion

اظهرت نتائج الفحوصات المجهرية للنماذج السيراميكية وجود طبقة معدنية بسمك جيد مترسب السيراميكي كما يلاحظ في الشكل ()

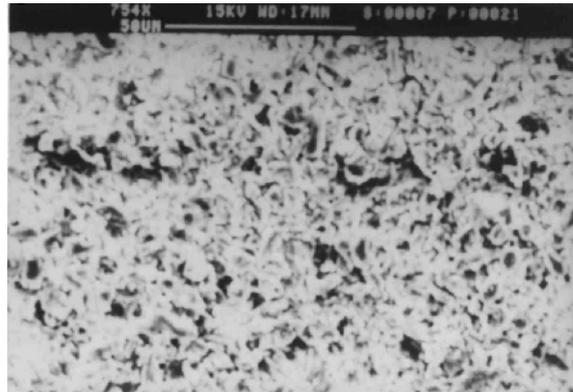
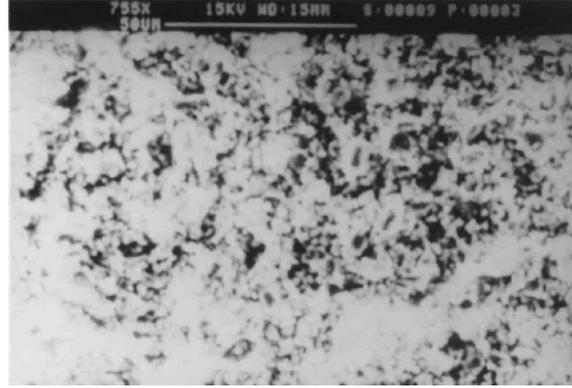


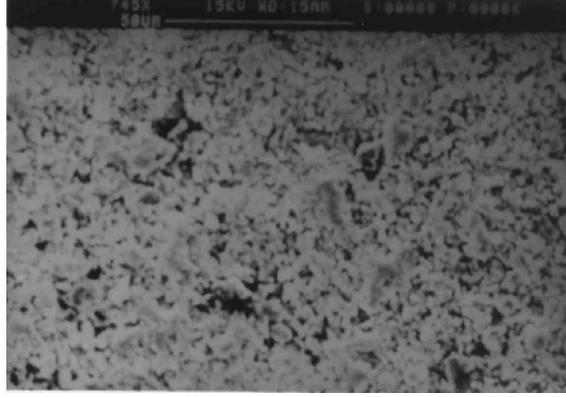
() التركيب المجهرى للالومينا الملبد والمغمور بالالمنيوم

الشكل () يوضح العلاقة بين ضغط الكبس المستخدم و نسبة المسامية للأجسام السيراميكية بعد عملية التلييد. يلاحظ من الشكل إن نسبة المسامية للجسم السيراميكي تقل مع زيادة الضغط المسلط وقد تراوحت نسبة المسامية عند استخدام ضغط كبس (58 , 117) MPa والتلييد إلى درجة حرارة 1200°C ما بين (38 , 30)% على التوالي أما عند استخدام ضغط (176)MPa فكانت نسبة المسامية 25%. إن نسبة المسامية هذه عبارة عن تأثير كل من ضغط الكبس والتلييد. يؤدي التلييد كذلك إلى تقليل الفراغات ما بين الدقائق وبالتالي تقليل نسبة المسامية [14] ويوضح الشكل () صور المجهر الإلكتروني الماسح للنماذج السيراميكية التي تم كبسها باستخدام ضغوط كبس مختلفة والتلييد عند 1200°C ولمدة ساعتين قبل إجراء الغمر



() العلاقة بين ضغط الكبس والمسامية الظاهرية لنماذج الالومينا الملبدة في 1200°C
لمدة ساعتين





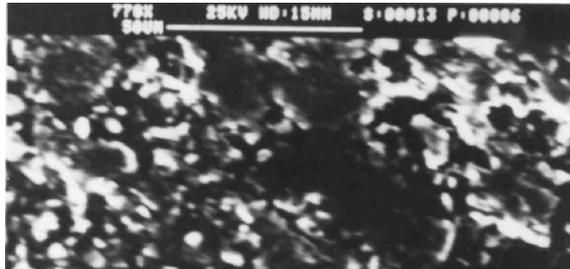
() مسامية النماذج السيراميكية بعد عملية التلبيد عند 1200°C

58MPa - المسامية 38%

117Mpa - المسامية %

176MPa - المسامية %

كما لوحظ من خلال الفحص بالمجهر الإلكتروني الماسح إن نسبة المسامية العالية في سم السيراميكي (أو ضغط الكبس القليل) أنها تؤدي إلى تغلغل المنصهر المعدني إلى داخل الجسم السيراميكي مما يؤدي إلى تغلغل شبه كامل للمعدن في داخل المسامات وحدوث التشبييع بدون وجود ضغط نتيجة تأثير الخاصية الشعرية [15] [16]. أما عند تقليل نسبة المسامية (زيادة الكيس) فإن نسبة التغلغل تقل وكما تقل النسبة الحجمية للمعدن المتواجد مقارنة بالنسبة الحجمية لدقائق الألومينا في هذه الطبقة ، كما يلاحظ في الشكل () .



معدن

سيراميك

معدن

سيراميك



()

معدن



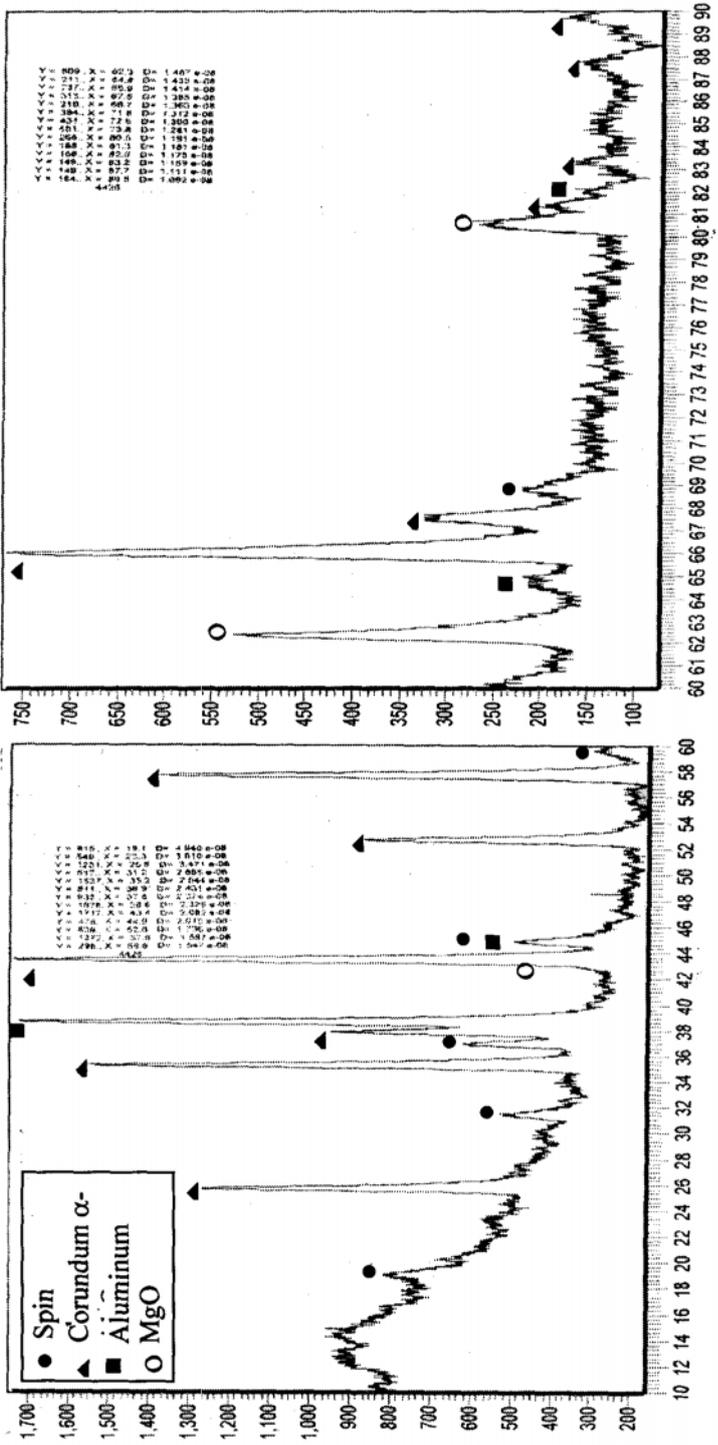
سيراميك

() المعدن المنصهر في الالومينا

() المسامية % () المسامية % () المسامية %

و اظهرت نتائج الفحص للنماذج المغمورة بمنصهر سبيكة الالمنيوم - مغنسيوم ظهور ثلاثة اطوار متميزة وهي التي تمثل الاساس السيراميكي و طور الالمنيوم Spinel يتكون من تفاعل المغنسيوم و الالمنيوم كما يوضحها الشكل ().

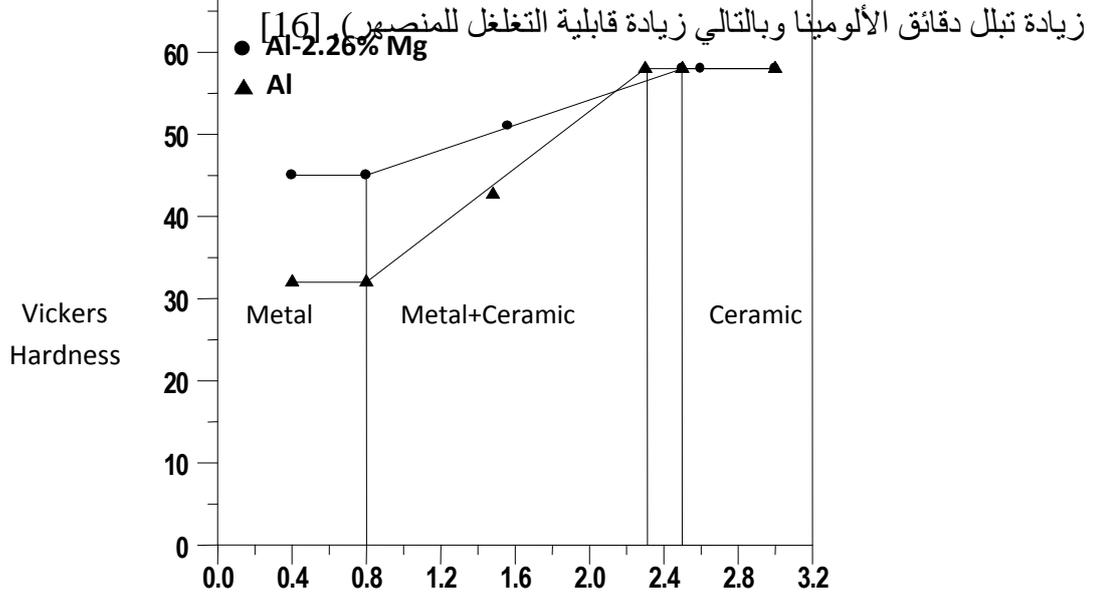
عند فحص الصلادة المجهرية للمادة المترابطة المنتجة في البحث لوحظ تواجد ثلاث مناطق مختلفة الصلادة الفيكرية كما موضح في الشكل () الذي يمثل العلاقة بين سمك الطبقات () وقيم الصلادة. إن صلادة الطبقة المعدنية المترسبة على السطح السيراميكي تبقى ثابتة، أما عند الوصول إلى منطقة تغلغل المنصهر المعدني في



الشكل (7) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة متراكبة عند تغطيس الأجسام السيراميكية في منصهر سبيكة الألمنيوم - 2.26% منغنسيوم

للجسم السيراميكي فيلاحظ زيادة الصلادة تدريجياً إلى أن تصل إلى صلادة الأساس للمادة . أما سبب زيادة صلادة طبقة المادة الماكينة الناتجة من تغلغل المعدن المنصهر في مسامات الجسم السيراميكي فيرجع إلى أن الطبقة متكونة من ثلاثة أطوار هي طور المحلول Solid Solution للسبيكة والطور سبيل الناتج من تفاعل المنصهر المعدني مع دقائق الألومينا السيراميكية وكذلك طور الألومينا. إن تواجد هذه الأطوار المختلفة الصلادة وبنسب مختلفة يؤدي إلى تغير قيم الصلادة فعند زيادة نسبة الألومينا وخاصة عند الطرف القريب من الجسم السيراميكي تزداد صلادة هذه المنطقة بسبب امتلاك الألومينا صلادة عالية إضافة إلى صلادة الطور الفقري الذي يتواجد بنسب مختلفة.

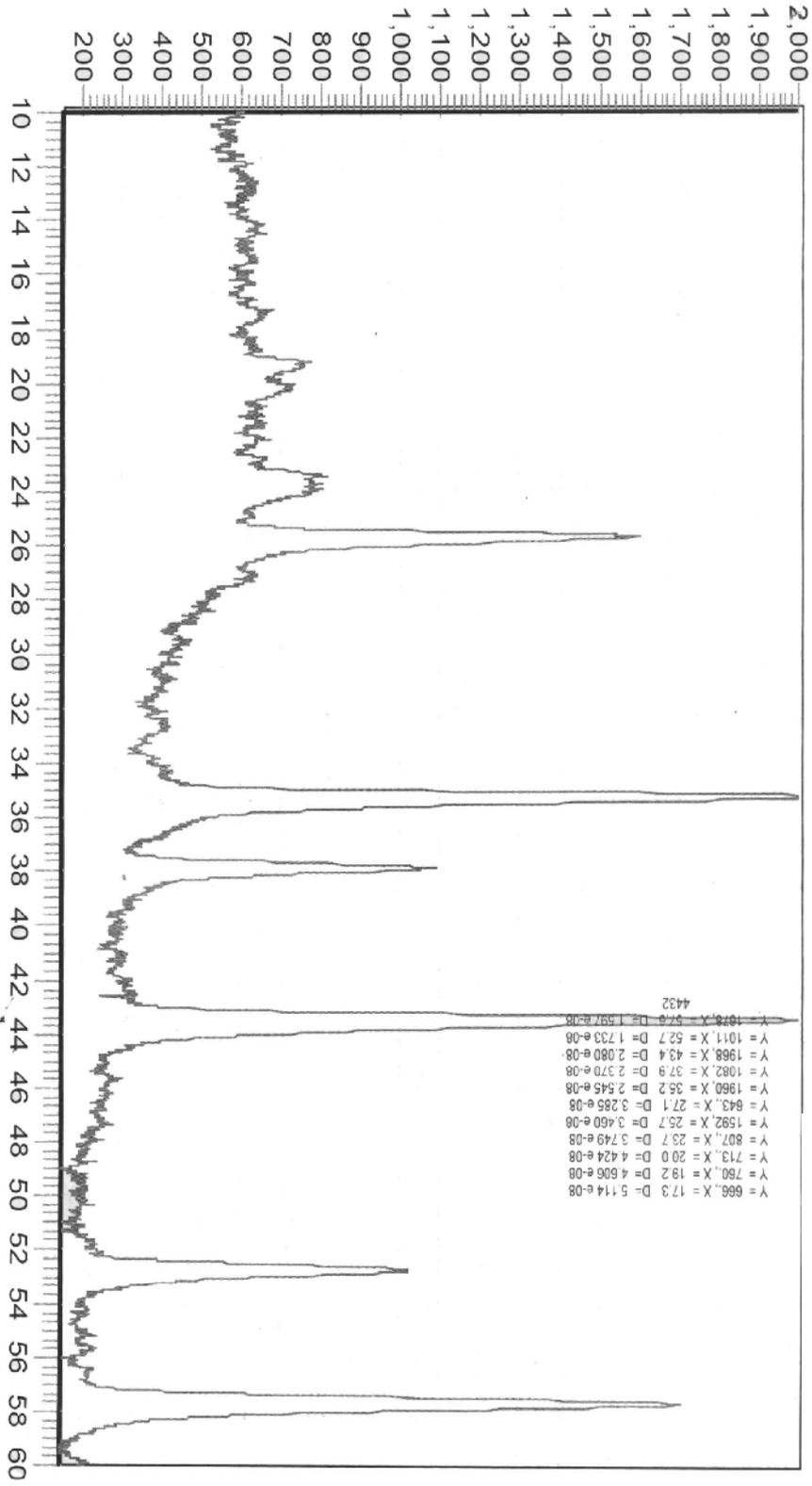
أما عند الطرف القريب من المعدن فإن نسبة طور المحلول الصلب () تكون عالية بسبب التغلغل الكلي للمعدن في المسامات السطحية للجسم السيراميكي لذلك فإن صلادة الطبقة تكون قليلة ولكنها أعلى من صلادة معدن السبيكة المستخدم ويمكن اعتبار الطرف القريب من هذه المنطقة التي هي عبارة عن مادة متراكبة ذات أساس معدني مقواة بدقائق الألومينا السيراميكية أما المنطقة القريبة من الجسم السيراميكي فيمكن اعتبارها مادة متراكبة ذات أساس سيراميكي محشوة بالمعدن لأن نسبة الألومينا تكون أعلى من نسبة المعدن بسبب التغلغل الجزئي للمعدن في هذه المنطقة الناتج من تأثير القوى الشعرية عند عدم وجود ضغط والذي يظهر تأثيره وجود المغنيسيوم في السبيكة إذ تؤدي لمغنيسيوم في السبيكة إلى زيادة سمك طبقة التغلغل نتيجة تحسين الشد السطحي لدقائق الألومينا (تحسين حالة السطح وتؤدي إلى



Distance(mm)

() العلاقة بين سمك الطبقات والصلادة

اما عند قياس متانة الربط عند درجة حرارة الغرفة للمادة المترابطة الناتجة من عملية التغطيس باجراء اختبار الالتصاقية لوحظ ان قيم متانة الربط للمادة المترابطة من الالومينا و المنيوم النقي تتراوح ما بين (-) Mpa اما قيم متانة الربط للمادة المترابطة من الالومينا و سبيكة المنيوم %2.26 مغنسيوم تتراوح ما بين (-) Mpa و ذلك بسبب تحسين قابلية اللتبلل عند وجود عنصر المغنسيوم و تكوين الأطوار السبائكية $MgOAl_2O_3$ الالومينا مع المغنسيوم والتي تؤدي إلى زيادة الربط ما بين السيراميك والمعدن [16].



() حيود الأشعة السينية لمسحوق الألومينا

الاستنتاجات

تكوين ثلاث مناطق مختلفة الصلادة وذات تراكيب والاطوار مختلفة هي المحلول الصلب وطور سبنل عند غمر النموذج السيراميكي بمنصهر المعادن.

تزداد تبليلية النموذج السيراميكي بمنصهر الألمنيوم عند وجود عنصر المغنسيوم.

تزداد الترابط بين النموذج السيراميكي والألمنيوم عند تكوين طور سبنل.

References

- [1] Askeland R.D. and Phule P.R. , “The Science and Engineering of Material” , 4th edition, PP.721,USA, 2003.
- [2] Meyers M. A. an Chawla K.K. , “Mechanical Behavior of Materials” Hall, 1999.
- [3] Bolten W., “Engineering Materials Technology”, 3rd Edition, Reed Education & Professional Publishing Ltd., 1998.
- [4] Smallman R. E. and Bishop R. J., “Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering”, Reed Education Publishing Ltd., 1999.
- [5] Thoreton D. A. and Colangclo V., “Fundamental of Engineering Material”, 1st Edition A Wiley-Interscience Publication, 1985.
- [6] Shen Y. L., “Thermal Expansion of Metal – Ceramic Composites: A 3- Dimensional Analysis”, Materials Science and Engineering , Vol. A 252,PP. 269 – 275, 1998.
- [7] Lwis M.H., “Ceramic to Be Joined 10 Years From Now”,Designing Interfaces Elsevier Applied Science,1989.
- [8] Cawley J. D., “Joining of Ceramic – Matrix composites”, Ceramic Bulletin, Vo1. 68, No.9, PP.1619-1622 ,1989.
- [9] Dalgleish B. J. etal., “The Strength of Fracture of Al₂O₃ Bond With Al Aalloys”, Acta. Metal., Vo1.37, No.7, PP.1923 – 1931, 1989.
- [10] Rohatgi P.K. etal., “Pressure Infiltration Technique for Synthesis of Aluminum-Fly Ash Particulate Composite", Materials Science and Engineering ,Vol. A 244,(1998)22-30.
- [11] Ryan W. and Radford C., "White Wares: Production, Testing and Quality Control", Pergamon Press, PP.224-232, 1987.
- [12] ASTM Standard No.:C373, 1987

- [13] Laurent V. et al., "Wettability of Monocrystalline Alumina by Al Between Its Melting Point and 1000°C" , Acta. Metall., Vo1.36, No.7, PP.1797-1803, 1988.
- [14] Shaw N. J., "Densification and Coarsening During Solid State Sintering of Ceramics", P.M.I. Vol.21, No.3,PP.6-20, 1989
- [15] OH S.Y. et al., "Wetting of Ceramic Particulate With Liquid Al Alloys Part I" Metallurgical Transactions , Vo1.20A, PP.533-541, March 1989.
- [16] OH S.Y et al., "Wetting Ceramic Particulate With Al Liquid Alloys Part I Experimental Techniques", Metallurgical Transactions , Vo1.20A, PP.527-532, March 1989.

تم اجراء البحث في المعهد الفني - اربيل