

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشکده مهندسی مکانیک
گروه طراحی کاربردی

ساخت لایه‌های نازک سرامیکی از جنس زیرکونیا-آلومینا به روش ریخته‌گری نواری-تزریق پلیمری

پایان‌نامه کارشناسی ارشد
گرایش ساخت و تولید

نگارش
محسن قربان

اساتید راهنما
دکتر مجتبی قطعی
دکتر سید هادی قادری

بهمن ماه ۱۳۹۲



دانشگاه علمی کاربردی

مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۶)

باسمه تعالی

شماره:

تاریخ:

ویرایش:

فرم صورت جلسه دفاع از پایان نامه تحصیلی دوره کارشناسی ارشد

با تأییدات خداوند متعال و با استعانت از حضرت ولی عصر (عج) نتیجه ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای محسن قربان رشته مکانیک گرایش ساخت و تولید تحت عنوان: ساخت لایه‌های نازک سرامیکی از جنس زیرکونیا-آلومینا به روش ریخته‌گری نواری-تزریق پلیمری

که در تاریخ ۹۲/۱۱/۲۹ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می‌گردد:

☐ مردود	☐ دفاع مجدد	☒ قبول (با درجه: <u>خوب امتیاز ۱۷/۸۹</u>)
--------------------------------	------------------------------------	--

۲- بسیار خوب (۱۸/۹۹ - ۱۸)

۱- عالی (۲۰ - ۱۹)

۴- قابل قبول (۱۵/۹۹ - ۱۴)

۳- خوب (۱۷/۹۹ - ۱۶)

۵- نمره کمتر از ۱۴ غیر قابل قبول

عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنما	دکتر مجتبی قطعی دکتر سید هادی قادری	استادیار استادیار	
۳- نماینده شورای تحصیلات تکمیلی	دکتر ارش یزدانی	استادیار	
۴- استاد ممتحن	دکتر مهدی گردویی	استادیار	
۵- استاد ممتحن	دکتر مجید محمدی	استادیار	

رئیس دانشکده: دکتر محمد محسن شاه مردان

امضاء

تقدیم‌نامه

این اثر را به خانواده عزیزم که مرا در طول پروژه همراهی نمودند، همچنین به استادان گرامی که مرا در این راه خطیر یاری نمودند تقدیم می‌کنم.

تشکر و قدردانی

وظیفه خود می‌دانم سپاس‌گزار تمام آن‌هایی باشم که در این دوره ارزشمند بودنشان و امیدشان راهگشای من بود؛ خانواده عزیزم که همانند تمام روزهای گذشته با صبر و حوصله در کنارم بودند.

اساتید عزیز و گران‌قدر دانشکده مهندسی مکانیک دانشگاه صنعتی شاهرود و بخصوص جناب آقای دکتر مجتبی قطعی و دکتر سید هادی قادری که با تلاش‌های بی‌شائبه خود نه تنها در انجام این پایان‌نامه بلکه در تمام دوره تحصیل مرا یاری نمودند و به هنگام نیاز برای حل مشکلات اینجانب از هیچ کمکی دریغ نورزیدند. برای ایشان آرزوی سلامتی، موفقیت و سر بلندی را دارم.

در پایان از آقایان مهندس حسن صالحی، مهندس کبیریان که در انجام برخی آزمون‌های انجام‌گرفته بر روی نمونه‌ها و نگارش پایان‌نامه مرا یاری نموده‌اند سپاس‌گزاری می‌نمایم

تعهدنامه

اینجانب محسن قربان دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مکانیک-ساخت و تولید دانشکده مهندسی مکانیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه ساخت لایه های نازک سرامیکی از جنس زیرکونیا-آلومینا به روش ریخته گری نواری-تزریق پلیمری تحت راهنمایی دکتر مجتبی قطعی و دکتر سید هادی قادری متعهد می شوم

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام « دانشگاه صنعتی شاهرود » و یا « Shahrood University of Technology » به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه ، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری ، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است .

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد

چکیده

اکسید آلومینیم یا آلومینا یکی از مهم‌ترین سرامیک‌های مهندسی است. این ماده به علت خواص فیزیکی و مکانیکی بسیار مناسب کاربردهای فراوانی در ابزارهای برش، قطعات مقاوم به سایش و خوردگی و دارد. آلومینا به صورت خالص دارای چقرمگی شکست پایینی است که باعث می‌شود قابلیت اطمینان آن پایین آمده، کاربرد آن با مشکلاتی مواجه شود. اضافه کردن زیرکونیای پایدار شده به آلومینا باعث افزایش چقرمگی می‌شود. این عملیات باعث توسعه دسته‌ای از مواد به نام کامپوزیت‌های آلومینا/زیرکونیا شده است. لایه‌های نازک از این سرامیک در صنایع مختلف مانند صنعت ماشین‌کاری و صنعت پزشکی کاربرد دارد. ریخته‌گری نواری به عنوان روشی کارا برای تهیه لایه‌های نازک سرامیکی شناخته می‌شود. هدف از این تحقیق بررسی استفاده از روش تلفیقی ریخته‌گری نواری-تزریق پلیمری جهت تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا بهبود خواص نسبت به نمونه‌های تولید شده از فرایند ریخته‌گری نواری مرسوم می‌باشد. برای این منظور تعدادی نمونه با استفاده از روش ریخته‌گری نواری تولید شد. جهت تولید نمونه‌ها ابتدا با بررسی پارامترهای مختلف جهت رسیدن به ترکیب بهینه، دوغاب‌های پایداری از ذرات زیرکونیای پایدارشده، ذرات آلومینا و مخلوط این دو تهیه و سپس ریخته‌گری شد. برای تولید نمونه‌ها با روش تلفیقی، ابتدا یک لایه نازک متخلخل از زیرکونیای پایدارشده به کمک ریخته‌گری نواری ساخته شد. سپس، آلومینا با غوطه‌وری در نیترات آلومینیوم به آن تزریق گردید. در انتها، نمونه‌های تهیه شده به دو روش گفته شده، در دمای بالا تفجوشی گردید. چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس، سختی به دو روش میکروسختی و نانوفروفتگی، فازها به کمک پراش اشعه x (XRD) و ریزساختار به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفت. داده‌های چگالی نشان داد نمونه‌ها تهیه شده ساختاری متراکم دارند. با بررسی داده‌های سختی نمونه‌ها مشخص شد که با افزایش زیرکونیای پایدارشده، سختی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. نمونه‌های تهیه شده با روش تلفیقی به دلیل درصد تخلخل خیلی کم، سختی حدود ۱۴ GPa و چقرمگی شکست $7/2 \text{ MPam}^{1/2}$ را نشان می‌دهد. همچنین در آزمون نانوفروفتگی بیشترین سفتی تماس $299 \mu\text{N/nm}$ و مدول یانگ ۳۲۶ GPa اندازه‌گیری شده مربوط به نمونه‌ی تهیه شده با روش تلفیقی بود. نتایج XRD وجود فازهای آلومینا و زیرکونیای پایدارشده و مقدار تقریبی آن‌ها را ارائه نمود. نیز، نتایج SEM نشان داد کم‌ترین میزان تخلخل و بالاترین یکنواختی ساختار مربوط به نمونه‌ی تهیه شده با روش تلفیقی بود. بنابراین، مقایسه داده‌های نمونه‌های تهیه شده از روش تلفیقی در مقایسه با روش ریخته‌گری نواری مرسوم، کارایی روش تلفیقی را به عنوان روشی جدید در تولید لایه‌های نازک کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا تایید می‌نماید.

واژه‌های کلیدی: ریخته‌گری نواری، تزریق پلیمری، کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا، فیلم نازک

فهرست مطالب

فصل اول مقدمه و مروری بر مطالعات پیشین.....	۱
۱-۱- مقدمه.....	۲
۲-۱- سرامیک و طبقه بندی آن.....	۲
۱-۲-۱- سرامیک آلومینا.....	۳
۲-۲-۱- سرامیک زیرکونیا.....	۴
۳-۲-۱- زیرکونیای پایدارشده با ایتریا (YSZ).....	۵
۴-۲-۱- کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا:.....	۶
۳-۱- روش‌های تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا.....	۷
۱-۳-۱- رسوب الکتروفروریتیک.....	۷
۲-۳-۱- فرایند ریخته‌گری ژله‌ای.....	۸
۳-۳-۱- روش ریخته‌گری نواری.....	۸
۴-۱- ریخته‌گری نواری.....	۹
۵-۱- معرفی اجزای به کار رفته در عملیات ریخته‌گری نواری.....	۱۳
۱-۵-۱- ترکیب دوغاب.....	۱۳
۲-۵-۱- پودر.....	۱۴
۳-۵-۱- حلال‌ها.....	۱۶
۴-۵-۱- همگن‌کننده‌ها.....	۱۸
۵-۵-۱- عامل فعال‌کننده‌ی سطح (سورفوکانت).....	۱۸
۶-۵-۱- چسب‌ها.....	۲۰
۷-۵-۱- روانسازها (پلاستی‌سایزرها).....	۲۳
۶-۱- مروری بر پژوهش‌های پیشین.....	۲۵
۷-۱- اهداف پژوهش و جنبه نوآوری تحقیق.....	۳۱
فصل دوم روش تجربی.....	۳۲
۱-۲- مقدمه.....	۳۳
۱-۱-۲- بهینه‌سازی فرایند.....	۳۳
۲-۲- روند کلی ساخت نمونه‌ها به روش ریخته‌گری نواری.....	۳۳
۱-۲-۲- تهیه دوغاب مناسب.....	۳۵
۲-۲-۲- انجام عملیات ریخته‌گری.....	۳۷

۳۸	۳-۲-۲ خشک کردن نمونه‌ها، خارج کردن مواد آلی و پخت نمونه‌ها.....
۳۹	۳-۲ ترکیبات مختلف دوغاب آلومینا در آزمایش‌ها مختلف انجام شده جهت رسیدن به ترکیب مناسب.....
۴۱	۴-۲ روند تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به روش مخلوط سازی پودر در ریخته‌گری نواری.....
۴۲	۵-۲ روند تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به روش تزریق پلیمری.....
۴۲	۱-۵-۲ محلول نیترات آلومینیوم.....
۴۴	۶-۲ معرفی روش‌های اندازه‌گیری خواص فیزیکی و مکانیکی.....
۴۴	۱-۶-۲ آزمون چگالی.....
۴۵	۲-۶-۲ آزمون سختی و چقرمگی.....
۴۸	۳-۶-۲ آزمون محاسبه سختی و مقدار مدول الاستیسیته به روش نانو فرورفتگی.....
۴۹	۴-۶-۲ بررسی تصاویر ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM).....
۵۱	۵-۶-۲ بررسی اجزای ماده به روش پراش اشعه X (XRD).....
۵۲	فصل سوم تجزیه و تحلیل داده‌ها.....
۵۳	۱-۳ اثر پارامترهای مختلف در ساخت نوارهای ریخته‌گری شده.....
۵۳	۱-۱-۳ نسبت پودر به حلال.....
۵۳	۲-۱-۳ درصد افزودنی‌ها.....
۵۵	۳-۱-۳ شرایط آسیاکاری.....
۵۵	۴-۱-۳ شرایط هوازدایی.....
۵۶	۵-۱-۳ شرایط خشک شدن نوارها.....
۵۷	۲-۳ بررسی چگالی نمونه‌ها.....
۵۸	۳-۳ بررسی سختی نمونه‌ها.....
۶۱	۴-۳ بررسی و مقایسه سختی نانوفرورفتگی، مدول یانگ و سفتی نمونه‌ها.....
۶۱	۱-۴-۳ بررسی سختی نانوفرورفتگی.....
۶۳	۲-۴-۳ بررسی مدول یانگ.....
۶۴	۳-۴-۳ بررسی سفتی تماس.....
۶۵	۵-۳ بررسی چقرمگی شکست نمونه‌ها (K_{1C}).....
۶۵	۶-۳ بررسی داده‌های میکروسکوپی.....
۶۵	۱-۶-۳ ترکیب اجزا (پراش پرتو X).....
۶۸	۲-۶-۳ ریزساختار نمونه‌ها میکروسکوپ الکترونی روبشی.....
۷۲	فصل چهارم نتیجه‌گیری.....
۷۳	۱-۴ نتیجه‌گیری.....
۷۴	۲-۴ اقدامات آتی.....
۷۵	مراجع.....

فهرست اشکال

- شکل ۱-۱: (الف) نمونه‌هایی از سرامیک آلومینا و (ب) ساختار میکروسکوپی آلومینا [۱] ۴
- شکل ۲-۱: (الف) نمونه‌هایی از سرامیک زیرکونیا و (ب) ساختار میکروسکوپی زیرکونیا [۱] ۵
- شکل ۳-۱: کاربردهای سرامیک آلومینا/ زیرکونیا، (الف) ابزارهای برش، (ب) مفصل و ایمپلنت‌های دندانی، (ج) سازه‌های هوایی [۱] ۷
- شکل ۴-۱: اصول عملیات ریخته‌گری نواری [۱۹] ۱۰
- شکل ۵-۱: نمایی از یک دستگاه ریخته‌گری نواری آزمایشگاهی ۱۱
- شکل ۶-۱: ترکیب دوغاب آبی برای ریخته‌گری نواری [۲۱] ۱۴
- شکل ۷-۱: ترکیب افزودنی‌های آلی استفاده شده در دوغاب ریخته‌گری نواری [۲۱] ۱۴
- شکل ۸-۱: تزریق اسکندیم به جسم متخلخل ساخته شده از 3YSZ ۲۹
- شکل ۹-۱: (الف) قالب و نمونه خام (ب) غوطه‌وری نمونه در محلول نیترات آلومینیم تحت خلا ۳۰
- شکل ۱۰-۲: روند کلی انجام آزمایش‌ها بر روی نمونه‌ها ۳۴
- شکل ۲-۲: محیط آسیاکاری جهت تهیه دوغاب ریخته‌گری نواری ۳۵
- شکل ۳-۲: شرایط هوازایی، (الف) با استفاده از آسیاکاری بدون گلوله با سرعت ۷/۵ rpm طی مدت ۸ ساعت، (ب) با استفاده از مکش حباب داخل دوغاب توسط دستگاه پمپ خلاء ۳۷
- شکل ۴-۲: روند انجام ریخته‌گری توسط دستگاه ریخته‌گری نواری [۲۰] ۳۸
- شکل ۵-۲: (الف) خشک کردن نمونه‌های ریخته شده در محیط بسته توسط سلفون، (ب) نوارهای ریخته‌گری شده بعد از خشک شدن ۳۸
- شکل ۶-۲: (الف) نوارهای خام برش خورده (ب) کوره مربوط به خارج کردن مواد آلی (ج) کوره مربوط به پخت نمونه‌ها ۳۹
- شکل ۷-۲: (الف) پودر نیترات آلومینیوم، (ب) محلول نیترات آلومینیوم ۴۳
- شکل ۸-۲: (الف) نمونه غوطه‌ور شده در بشر حاوی آب مقطر، (ب) نمونه شناور، (ج) نمونه در حالت آزاد ۴۴
- شکل ۹-۲: (الف) تصویر لوزی ناشی از پروب میکروسختی، (ب) دستگاه میکروسختی سنج ویکرز ۴۶
- شکل ۱۰-۲: (الف) نمونه مانع شده، (ب) دستگاه پولیش ۴۷
- شکل ۱۱-۲: سیستم TriboScope (Hysitron Inc. USA) برای انجام تست نانوفروفتگی ۴۸
- شکل ۱۲-۲: منحنی بار جابجایی بدست آمده از آزمون نانوفروفتگی (P_{max} = حداکثر نیروی اعمالی، h_{max} = حداکثر عمق نفوذ، h_c = عمق تماس، h_f = عمق نهایی و S = سفتی باربرداری) [۴۳] ۴۹
- شکل ۱۳-۲: دستگاه آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی ۵۰
- شکل ۱۴-۲: تصویر نمونه تحت آزمون پراش اشعه X توسط دستگاه XRD ۵۱

شکل ۳-۱: عیوب ناشی از عدم رعایت نسبت پودر به حلال، (الف) ایجاد ترک (ب) مشاهده تخلخل در اثر کاهش نسبت پودر به حلال ۵۳

شکل ۳-۲: مشاهده عدم پایداری دوغاب ناشی از کم بودن مقدار پراکنده‌ساز ۵۴

شکل ۳-۳: (الف) عیب چروکیدگی ناشی از استفاده بیش از حد گلیسرین در دوغاب، (ب) عیب چسبندگی نوار به سطح بستر ناشی از کم بودن مقدار گلیسرین ۵۴

شکل ۳-۴: (الف) ترک ناشی از عدم وجود چسب لازم در نوار ۵۵

شکل ۳-۵: مشاهده تخلخل زیاد ناشی از عدم هوازدایی دوغاب ریخته‌گری نواری ۵۶

شکل ۳-۶: قطعات مورد بررسی قرارگرفته در این پژوهش ۵۷

شکل ۳-۷: تصویر نقطه تماس پراب بر روی نمونه ZTA(25%) ۵۹

شکل ۳-۸: مقایسه سختی اندازه‌گیری شده توسط دستگاه میکروسختی‌سنج ویکرز ۵۹

شکل ۳-۹: ارتباط سختی نمونه‌های پخت شده با چگالی نسبی ۶۰

شکل ۳-۱۰: تصویر پراب نانوفروفتگی بر روی نمونه ۶۱

شکل ۳-۱۱: مقایسه گراف نانوفروفتگی نمونه‌های AL(۱) رنگ سبز، ZTA(۲۵٪) رنگ آبی و ZTA(IMP) رنگ قرمز ۶۲

شکل ۳-۱۲: مقایسه سختی نانوفروفتگی نمونه‌های آلومینای خالص، ZTA ریخته‌گری و ZTA تزریق پلیمری ۶۲

شکل ۳-۱۳: مقایسه تحلیل نانوفروفتگی، (الف) نمونه ZTA(IMP) و (ب) ZTA(25%) ۶۳

شکل ۳-۱۴: مقایسه مدول یانگ تئوری نمونه‌ها با مدول یانگ متوسط اندازه‌گیری شده به روش آزمون نانوفروفتگی ۶۳

شکل ۳-۱۵: متوسط سفتی تماس اندازه‌گیری شده به روش آزمون نانوفروفتگی ۶۴

شکل ۳-۱۶: مقایسه گراف XRD نمونه AL(۱) و AL(۲) ۶۶

شکل ۳-۱۷: مقایسه گراف XRD نمونه‌های ZTA(10%)، ZTA(25%) و ZTA(35%) ۶۶

شکل ۳-۱۸: مقایسه گراف XRD نمونه ZTA(35%) و ZTA(IMP) ۶۷

شکل ۳-۱۹: XRD نمونه ۱۵ درصد زیرکونیای پایداری‌شده در زمینه آلومینا [۳] ۶۷

شکل ۳-۲۰: SEM نمونه‌های آلومینای خالص با شرایط یکسان پخت شده با درصد چسب مختلف، (الف) نمونه AL(۱) با ۸/۴ درصد وزنی چسب (ب) نمونه AL(۲) با ۷/۲ درصد وزنی چسب ۶۸

شکل ۳-۲۱: مقایسه SEM (الف) نمونه ZTA(35%) با درصد تخلخل ۶/۷ (ب) نمونه AL(۲) با درصد تخلخل ۱۰ ۶۹

شکل ۳-۲۲: مقایسه SEM نمونه‌های ZTA با درصد زیرکونیای پایداری‌شده متفاوت (الف) 3YSZ 10 wt% (ب) 20 wt% 3YSZ (ج) 35 wt% 3YSZ ۶۹

شکل ۳-۲۳: مقایسه SEM و تخلخل سطحی نمونه‌های ZTA تولید شده به روش (الف) ریخته‌گری نواری با ۸/۷٪ تخلخل سطحی (ب) تزریق پلیمری آلومینا به لایه متخلخل 3YSZ با ۲/۵٪ تخلخل سطحی ۷۰

شکل ۳-۲۴: مقایسه ریزساختار نمونه‌ها ZTA، (الف) روش ریخته‌گری نواری توسط گیورک، (ب) روش تزریق پلیمری آلومینا به لایه متخلخل 3YSZ ۷۰

فهرست جداول

جدول ۱-۱: مراحل پیشرفت تاریخی عملیات ریخته‌گری نواری [۲۰].....	۱۱
جدول ۲-۱: چسب‌های وینیلی و اکریلیک مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری [۲۳].....	۲۳
جدول ۳-۱: ترکیب دوغاب ریخته‌گری نواری آبی آلومینا [۳۰].....	۲۷
جدول ۴-۱: خلاصه فرایند انجام گرفته توسط زنگ یوپینگ و همکاران [۳۰].....	۲۷
جدول ۵-۱: درصد عناصر بکار رفته در دوغاب ریخته‌گری نواری [۱۷].....	۲۸
جدول ۱-۲: خصوصیات پودرهای مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری.....	۳۶
جدول ۲-۲: ترکیب دوغاب نمونه‌های آلومینا در آزمایش‌های مختلف تا رسیدن به ترکیب مطلوب.....	۴۰
جدول ۳-۲: ترکیب دوغاب نمونه‌های مختلف کامپوزیت آلومینا/زیرکونیای تهیه شده.....	۴۱
جدول ۴-۲: ترکیب دوغاب ریخته‌گری نواری برای نمونه (۲۰٪) ZTA با چسب CMC.....	۴۱
جدول ۵-۲: ترکیب بهینه دوغاب ریخته‌گری نواری 3YSZ.....	۴۲
جدول ۶-۲: مشخصات درصد وزنی اجزای نیترات آلومینیم نوناہیدرات.....	۴۳
جدول ۱-۳: ترکیب دوغاب بهینه نمونه‌های آلومینا مورد بررسی قرار گرفته در این پژوهش.....	۵۶
جدول ۲-۳: مقایسه چگالی نمونه‌های پخت شده.....	۵۸
جدول ۱-۴: ترکیب بهینه دوغاب ریخته‌گری نواری.....	۷۳

فصل اول

مقدمه

و مروری بر مطالعات پیشین

۱-۱- مقدمه

در سال‌های اخیر بررسی ریز ساختار به عنوان مهم‌ترین پارامتر تعیین کننده خواص مکانیکی و کاربرد نهایی مواد مورد توجه قرار گرفته است. به دلیل ماهیت پیوند اتمی در مواد سرامیکی که بیشتر از نوع کووالانسی و یونی هستند این مواد دارای چقرمگی و استحکام به ضربه پایین و عدم تغییر شکل پلاستیک می باشند. که این نقطه ضعف سرامیک‌ها برخلاف ویژگی‌های منحصر به فرد آن‌ها محسوب شده و کاربرد این مواد را محدود می‌کند. به همین دلیل بحث بررسی کامپوزیت‌ها برای بهبود خواص سرامیک‌ها در سال‌های اخیر مطرح شده است. فلسفه ساخت کامپوزیت‌های سرامیکی در حقیقت ارائه راه‌حلی برای جبران ضعف عمده سرامیک‌ها یعنی تردی این مواد است.

۱-۲- سرامیک و طبقه بندی آن

واژه‌ی سرامیک اصطلاحی کلی برای معرفی فرآورده‌هایی است که از مواد آلی غیرفلزی که معمولاً از ترکیب دو یا چند عنصر (به غیر از کربن) ساخته شده اند تشکیل شده‌اند و معمولاً با عملیات حرارتی در دماهای بالا قابل استفاده می شوند. سرامیک‌ها به لحاظ ساختار شیمیایی در دو دسته، طبقه‌بندی می‌شوند [۱].

- سرامیک‌های سنتی: مانند کاشی، سفال، چینی، شیشه، گچ که سرامیک‌های سیلیکاتی هستند.
 - سرامیک‌های مدرن (مهندسی): این فرآورده‌ها عمدتاً از مواد اولیه‌ی خالص و سنتزی ساخته می‌شوند. این نوع سرامیک‌ها بیشتر در ارتباط با صنایع پزشکی، نظامی، ماشین‌کاری مطرح شده‌اند.
- سرامیک‌های مدرن به سه دسته کلی تقسیم می‌شوند.

۱) **سرامیک‌های اکسیدی:** که برخی از پرکاربردترین این نوع سرامیک‌ها عبارتند از برلیا (BeO)، تیتانیا (TiO_2)، آلومینا (Al_2O_3)، زیرکونیا (ZrO_2) و منیزیا (MgO).

۲) **سرامیک‌های غیر اکسیدی:** این نوع سرامیک‌ها با توجه به ترکیب‌شان طبقه‌بندی می‌شوند که برخی از پرکاربردترین آن‌ها نیتrideها و کاربیدها هستند.

۳) **کامپوزیت‌های تقویت شده:** مانند ZTA^1

¹ Zirconia Toughened Alumina

خواص برتر سرامیک‌ها نسبت به مواد دیگر را می‌توان در دیرگدازی بالا، سختی زیاد و مقاومت به خوردگی بالادر آن‌ها دانست. به‌طور کلی می‌توان به موارد زیر اشاره کرد [۱].

۱- خواص الکتریکی و مغناطیسی مانند: عایق‌های ولتاژ بالا ($\text{AlN}-\text{Al}_2\text{O}_3$) و رسانای یونی (Al_2O_3)

۲- سختی بالا و مقاومت مکانیکی بالا مانند: ابزار ساینده، ابزار برشی و ابزار سنگ‌زنی و ($\text{SiC}-\text{Si}_3\text{N}_4$)

۳- خواص نوری مانند: فلورسانس (Y_2O_3) و بازتاب مادون قرمز (SnO_2)

۴- خواص حرارتی مانند: مقاومت حرارتی (ThO_2) و عایق حرارتی (CaO.nSiO_2)

۵- خواص شیمیایی و بیوشیمیایی مانند: پروتئ‌های استخوان ($\text{P}_3\text{O}_{12}(\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Ca}_5(\text{F},\text{Cl}))$)

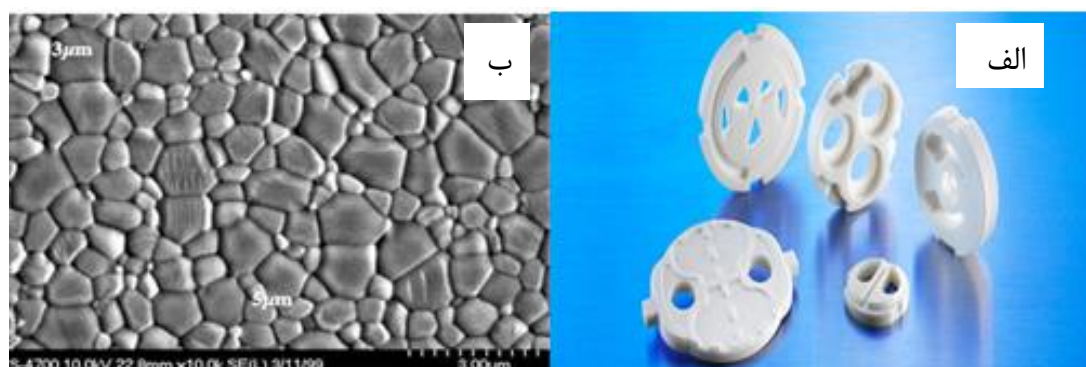
۶- فناوری هسته‌ای مانند: سوخت‌های هسته‌ای سرامیکی.

به‌طور عمده سرامیک‌های اکسیدی در کاربردهای فنی و مهندسی مورد استفاده قرار می‌گیرند. در پژوهش حاضر، از سرامیک‌های آلومینا (Al_2O_3) و زیرکونیا از نوع پایدارشده (۳YSZ) استفاده شده است.

۱-۲-۱- سرامیک آلومینا

اکسید آلومینیم یا آلومینا یکی از مهم‌ترین سرامیک‌های مهندسی است. این ماده به علت سختی و مدول الاستیسیته بالا، مقاومت بالا در برابر سایش و خوردگی، ثبات ساختاری و حفظ استحکام در دمای بالا کاربردهای فراوانی در کاشتنی‌های^۱ بیولوژیکی، پوشش‌های مقاوم در برابر خوردگی، کاربردهای پزشکی، ابزارهای برش، قطعات مقاوم به سایش و خوردگی (مانند چرخ دنده و قطعات به کار رفته در آسیاها و صنایع نساجی) دارند. همچنین از آلومینا به علت زیست‌سازگاری در کاربردهای پزشکی نظیر کاشتنی‌ها و مفاصل مصنوعی استفاده می‌گردد. [۲،۳،۴،۵]. شکل ۱-۱ (الف) نمونه‌ای از سرامیک آلومینا و (ب) ساختار میکروسکوپی آن را نشان می‌دهد.

^۱ Implants



شکل ۱-۱: (الف) نمونه‌هایی از سرامیک آلومینا و (ب) ساختار میکروسکوپی آلومینا [۱]

برخی از خواص آلومینا [۱]:

۱) عایق الکتریکی بسیار خوب.

۲) متوسط استحکام مکانیکی بالا ($630-300$ MPa).

۳) سختی بالا ($15-19$ GPa).

۴) هدایت حرارتی ($20-30$ W/mk).

۵) مقاومت بالا در برابر خوردگی، سایش و هم‌چنین خواص خزشی مناسب.

همچنین که ماده‌ی اولیه‌ی این نوع سرامیک، به سهولت قابل دسترس است. آلومینا به صورت خالص دارای چقرمگی شکست پایینی است که باعث می‌شود کاربرد آن با مشکلاتی مواجه شود. چقرمگی شکست پایین علاوه بر کاهش عمر قطعات مورد استفاده، باعث می‌شود قابلیت اطمینان طراحی آن‌ها پایین باشد [۳].

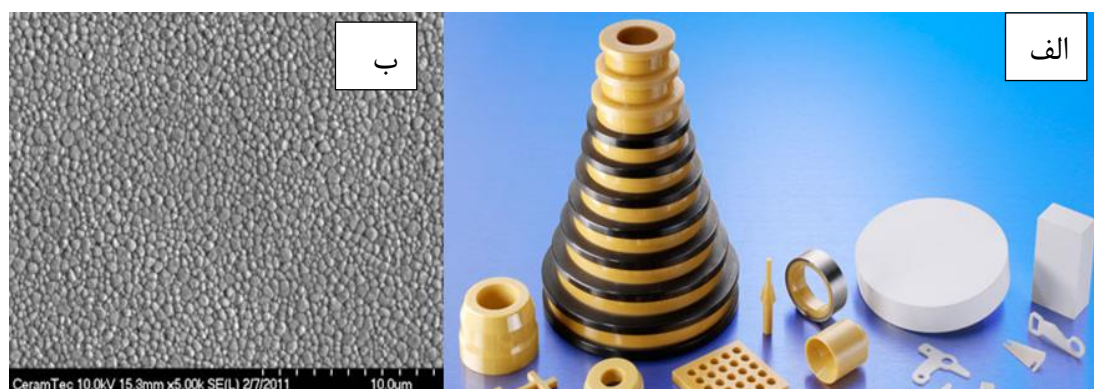
۱-۲-۲- سرامیک زیرکونیا

یکی دیگر از سرامیک‌های پر کاربرد در زمینه‌ی فنی و مهندسی سرامیک زیرکونیا می‌باشد. زیرکونیا از انواع سرامیک‌های چقرمه می‌باشد که در برابر ضربه مقاوم است و مناسب برای پوشش‌های سد حرارتی^۱ به علت انتقال حرارت کم و مقاوم به شوک حرارتی، می‌باشد.

از جمله خواص زیرکونیا می‌توان ضریب انبساط حرارتی بالا (شبيه برخی فولادها)، عایق حرارتی مناسب، چقرمگی بالا نام برد. از زیرکونیا به عنوان ابزار در شکل‌دهی سیم، به عنوان کمکی در فرایندهای جوشکاری،

^۱ Thermal barrier coatings

به عنوان روکش و پرکننده‌ی دندان در صنعت دندان پزشکی و به عنوان حلقه‌های عایق در فرایندهای حرارتی نیز استفاده می‌شود. در شکل ۱-۲ (الف) نمونه‌هایی از سرامیک زیرکونیا و (ب) ساختار میکروسکوپی زیرکونیا نشان می‌دهد.



شکل ۱-۲: (الف) نمونه‌هایی از سرامیک زیرکونیا و (ب) ساختار میکروسکوپی زیرکونیا [۱]

عیب عمده زیرکونیای خالص ترک خوردن به علت افزایش حجم است به همین دلیل از زیرکونیای پایدار شده با ایتریا استفاده می‌شود [۶].

۱-۲-۳- زیرکونیای پایدار شده با ایتریا (YSZ)

زیرکونیای پایدار شده با ایتریا یک سرامیک پایه اکسید زیرکونیوم است که در آن ساختار بلوری خاصی از اکسید زیرکونیوم در دمای اتاق با افزودن اکسید ایتریا پایدار شده است. از جمله کاربردهای آن می‌توان به عنوان یک پوشش سد حرارتی در توربین‌های گازی، به عنوان یک الکتروسرامیک با توجه به خواص هدایت یونی آن (به عنوان مثال برای تعیین میزان اکسیژن در گازهای خروجی از آگروز، برای اندازه‌گیری PH در آب، درجه حرارت بالا و در پیل سوختی)، مورد استفاده در الکترولیت پیل سوختی اکسید جامد و خواص نوری در کریستال‌ها نام برد [۱].

زیرکونیای پایدار شده به علت توانایی ۱۰۰ درصد فاز تتراگونال در دمای اتاق و بالاترین تافنس شکست بین سرامیک‌ها، به عنوان تقویت‌کننده چقرمگی شکست برای سرامیک‌ها، مورد توجه محققین قرار گرفته است. استحاله فازی مونوکلینیک به تتراگونال در دمای پایین سبب انبساط شدید حجمی در اطراف نوک ترک می‌شود. در واقع این انبساط باعث بسته شدن ترک در نزدیکی نوک ترک شده و کرنش حاصل از آن، تنش را

^۱ Stabilized zirconia

در منطقه اطراف نوک ترک رها ساخته و به مقدار زیادی باعث تسهیل جذب انرژی شکست می‌گردد و از رشد ترک جلوگیری می‌کند [۷]

به‌طور کلی مواد سرامیکی به دلیل طبیعت ذاتی‌شان به عنوان مواد ترد شناخته می‌شوند. دلایل تردی ذاتی سرامیک‌ها به طور خلاصه به شرح زیر است [۷]:

(۱) ترک‌های ریز ایجاد شده حین فرایند ساخت مواد سرامیکی که محل‌های اصلی تمرکز تنش بوده و به رشد ترک کمک می‌کنند.

(۲) پیوند غیر متقارن یونی-کوالانسی شبکه کریستالی سرامیک‌ها و تعداد محدود سیستم‌های لغزش، حرکت نابجایی‌ها در سرامیک‌ها را به شدت محدود می‌کند.

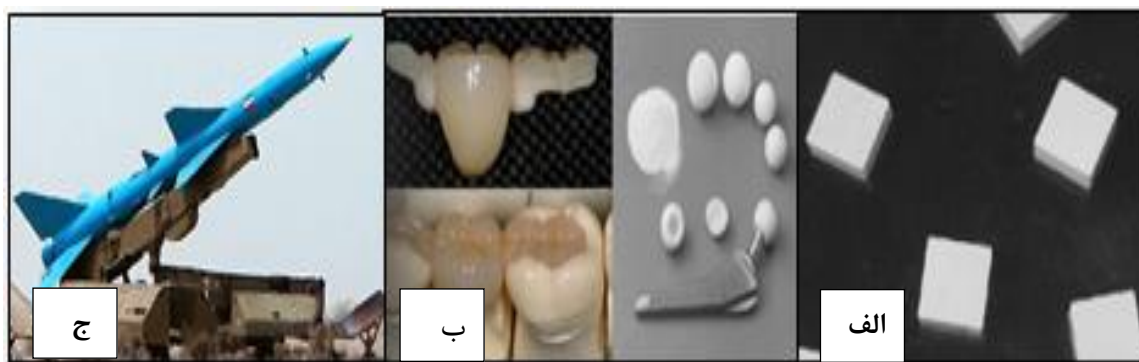
۱-۲-۴- کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا:

در سال‌های اخیر استفاده از کامپوزیت‌های سرامیک/سرامیک به عنوان انتخاب مناسبی برای غلبه بر شکنندگی ذاتی سرامیک‌ها به منظور استفاده در کاربردهای ساختاری مورد توجه قرار گرفت [۸]. این ساختار فرصت منحصر به فردی برای ارتقای خواص مکانیکی سرامیک‌ها به وجود می‌آورد و استحکام و چقرمگی شکست بالایی دارد [۸، ۹].

اضافه کردن زیرکونیای پایدار شده به آلومینا باعث افزایش چقرمگی آلومینای خالص می‌شود که این عملیات باعث توسعه دسته‌ای از مواد کامپوزیتی به نام کامپوزیت‌های آلومینا/زیرکونیا شده است. از مهم‌ترین پارامترهایی که در تعیین خواص مکانیکی این نوع کامپوزیت‌ها مؤثر است، توزیع یکنواخت ذرات فازهای دو ماده است [۲، ۹، ۱۰، ۱۱]. رشد آرام ترک در آلومینا منجر به شکست ناگهانی نمونه‌ها می‌شود که سبب ضعف آنها شده است. بنابراین از زیرکونیای پایدار شده به عنوان فاز دوم که باعث افزایش قابل‌ملاحظه‌ای در استحکام و مهم‌تر از آن چقرمگی می‌شود استفاده می‌گردد. [۱۲].

سرامیک آلومینا/زیرکونیا به دلیل داشتن خصوصیات عالی مانند: استحکام و مقاومت به سایش و خوردگی بالا به طور گسترده در صنایع مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد. این کامپوزیت‌ها به دلیل داشتن سختی بالا، استحکام و چقرمگی شکست بالا و مقاومت به سایش خوب به طور گسترده در صنعت ماشین‌کاری به عنوان ابزارهای برشی مورد استفاده قرار می‌گیرند. داشتن استحکام مناسب، مقاومت به سایش بالا و سختی بالا از دلایل استفاده گسترده آن در صنعت پزشکی به عنوان کاشتنی‌های دندان و نیز در سر مفصل ران

می‌باشد. هم چنین به دلیل استحکام فشاری بالا در صنعت هوافضا در سازه‌های هوایی کاربرد دارد. [۱۳، ۱۴]
در شکل ۳-۱ برخی از کاربردهای این کامپوزیت قابل مشاهده است.



شکل ۳-۱: کاربردهای سرامیک آلومینا/زیرکونیا، (الف) ابزارهای برش، (ب) مفصل و ایمپلنت‌های دندانی، (ج) سازه‌های هوایی [۱]

۳-۱- روش‌های تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا

تاکنون روش‌های زیادی جهت تهیه کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا مورد استفاده قرار گرفته است که شامل رسوب الکتروفورتیک^۱، ریخته‌گری ژله‌ای^۲، مخلوط کردن اکسیدها^۳، و ریخته‌گری نواری می‌باشد که در ادامه برخی از آن‌ها به طور مختصر توضیح داده می‌شود [۲، ۹، ۱۰].

۳-۱-۱- رسوب الکتروفورتیک

یک فرایند دو مرحله‌ای سریع و کم هزینه می‌باشد. ابتدا ذرات بار دار شده موجود در مایع معلق، در اثر میدان الکتریکی ایجاد شده به سمت الکتروود با بار مخالف حرکت می‌کنند، سپس ذرات روی الکتروود مورد نظر جمع شده و به شکل منظمی بر روی آن رسوب می‌کنند. این رسوب شکل الکتروود را به خود گرفته و بعد از خشک کردن و برداشتن از روی الکتروود، قطعه خام سرامیکی مورد نظر به دست می‌آید. با تفجوشی کردن آن قطعه سرامیکی با استحکام مورد نظر به دست می‌آید [۱۵]. چالش این روش کنترل مشکل این فرایند است [۹].

¹ Electrophoretic deposition

² Gel casting

³ Mixed oxides

۱-۳-۲- فرایند ریخته‌گری ژله‌ای

در فرایند ریخته‌گری ژله‌ای، یک دوغاب سیال شامل پودرهای سرامیکی، حلال (که معمولاً آب است)، پراکنده‌ساز و افزودنی‌های آلی داریم. پس از مخلوط کردن دوغاب و عمل هوازدایی (به منظور خارج کردن هوای حبس شده)، یک کاتالیزور به دوغاب اضافه می‌شود و دوغاب داخل قالب ریخته می‌شود. کاتالیزور باعث می‌شود تا افزودنی‌های آلی موجود در ترکیب دوغاب، باعث حبس شدن آب و پودر سرامیکی در یک ماده ژل مانند به شکل قالب شوند. سپس قطعه ریخته‌گری شده از قالب خارج گردیده، خشک می‌شود. قطعه‌ای حاصل پس از پاک‌سازی چسب و مواد آلی، تفجوشی می‌شود. این روش بازده پایینی دارد [۹، ۱۶]. روش مخلوط‌سازی اکسیدها نیز توزیع مناسبی از ذرات فازها را ایجاد نمی‌کند [۹].

۱-۳-۳- روش ریخته‌گری نواری

روش ریخته‌گری نواری از روش‌های کلوئیدی^۱ می‌باشد. در این روش به علت استفاده از دوغاب و شکستن کلوخه‌ها حین عملیات، توزیع مناسبی از ذرات فازها به دست می‌آید. به‌علاوه روش ریخته‌گری نواری، روشی اقتصادی و ارزان قیمت است و به عنوان روشی جهت تهیه لایه‌های نازک و ایجاد پوشش روی سطوح مختلف استفاده می‌شود [۹، ۱۷، ۱۸].

روش ریخته‌گری نواری در تولید لایه‌های نازک کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا مورد استفاده قرار گرفته است. ولی در اکثر قریب به اتفاق موارد از محلول‌های آلی در تولید این کامپوزیت‌ها استفاده می‌شود. در سال‌های اخیر به علت ملاحظات زیست‌محیطی و آلودگی حاصل از مواد شیمیایی مورد استفاده در محلول‌های آلی، مطالعات به سمت استفاده از محلول‌های آبی در ریخته‌گری نواری جلب شده است زیرا آلودگی کمتری ایجاد می‌کنند [۱۹]. در محلول‌های آبی که تاکنون مورد بررسی قرار گرفته‌اند از چسب‌های امولسیون استفاده شده است. این چسب‌ها در آب محلول نمی‌باشند و ایجاد مخلوط همگن از فازها با استفاده از این چسب‌ها مشکل است. همچنین، به علت تفاوت در چگالی بین زیرکونیای پایدارشده و آلومینا، پایدارسازی دوغاب این دو ماده به صورت هم‌زمان تا حدودی مشکل است. این دو پدیده باعث می‌شود توزیع ذرات فازهای آلومینا و زیرکونیای پایدارشده تا حدی مناسب نباشد [۱۸]. در ادامه فرایند ریخته‌گری نواری به تفصیل بررسی می‌شود.

^۱ Colloidal method.

۱-۴- ریخته‌گری نواری

بعد از شروع عصر فرآوری سرامیک‌ها که آغاز آن عمدتاً به زمان جنگ جهانی دوم بر می‌گردد، روش‌های زیادی جهت فرآوری سرامیک‌ها ابداع شد. از جدیدترین این روش‌ها، روش ریخته‌گری نواری است که جهت تهیه لایه‌های نازک سرامیکی مورد استفاده قرار می‌گیرد. گلن هاوات^۱ به عنوان ابداع کننده این روش شناخته می‌شود [۱۹، ۲۰].

روش ریخته‌گری نواری که با نام‌های دکتر بلیدینگ^۲ و پوشش‌دهی چاقویی^۳ نیز شناخته می‌شود، در بسیاری از صنایع مانند کاغذ، پلاستیک و تولید رنگ به کار گرفته می‌شود. لغت بلیدینگ در این فرایند اشاره به تیغه‌ای دارد که ماده‌ی مازاد را از روی یک سطح متحرک جدا می‌کند تا لایه نازک ایجاد شود. این فرایند در ابتدا در صنایع رنگ با ضخامت‌های کمتر از ۵۰ میکرومتر استفاده شد [۱۹]. این روش در ساخت لایه‌های نازک سرامیکی اولین بار توسط هاوات در سال ۱۹۵۲، ارائه و در صنایع الکترونیک مورد استفاده قرار گرفت [۱۹].

مزیت عمده ریخته‌گری نواری، امکان تهیه نمونه‌های نازک از سرامیک یا فلز در اندازه‌های بزرگ است. آماده‌سازی این صفحه‌ها به وسیله پرس‌کردن غیرممکن است زیرا سرامیک‌های نازک نمونه‌هایی دو بعدی هستند و نسبت ابعاد به ضخامتشان بسیار زیاد است. نمونه‌های بسیار نازک به نمونه‌هایی گفته می‌شود که ضخامتی در حدود ۵ میکرومتر دارند. گزارش‌ها نشان داده است که می‌توان به کمک این روش، نمونه‌هایی با ضخامت ۱۲ میکرون تا ۳ میلی‌متر تهیه کرد [۱۹، ۲۰].

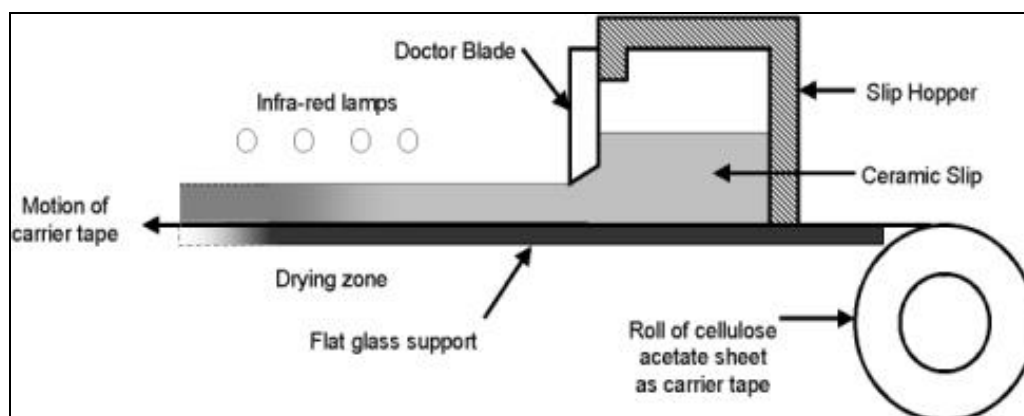
در صنایع سرامیک، ریخته‌گری نواری خیلی شبیه به روش سنتی ریخته‌گری دوغابی است. در این روش از سوسپانسیون ذرات سرامیکی یا فلزی استفاده می‌شود. در عملیات ریخته‌گری نواری معمولاً از سوسپانسیون‌های غیر آبی استفاده می‌گردد. هر چند در سال‌های اخیر گزارش‌هایی در مورد انجام ریخته‌گری نواری در محلول‌های آبی ارائه شده است. اخیراً جنبه‌های زیست‌محیطی و سلامت فرایند ریخته‌گری نواری مورد توجه قرار گرفته است، لذا از آب به عنوان حلال جایگزین مایعات آلی استفاده شده است [۱۹]. حلال‌های آلی دارای نقطه جوش پایین‌تری نسبت به آب هستند که این امر سبب زودتر خشک شدن نوارهای تر می‌شود ولی سمی و قابل اشتعال می‌باشد [۲۱].

^۱ Glenn Howatt

^۲ Doctor blading

^۳ Knife coating

استفاده از فیلم‌های نازک پلی‌مری در تهیه لایه‌های نازک سرامیکی در عملیات ریخته‌گری نواری نقطه تحول فرایند ریخته‌گری نواری است. لایه‌های انعطاف پذیر پلی‌مری، تهیه رول‌های انعطاف پذیر از سرامیک‌ها و نیز پیوسته‌سازی این فرایند را امکان‌پذیر نمود [۱۹].



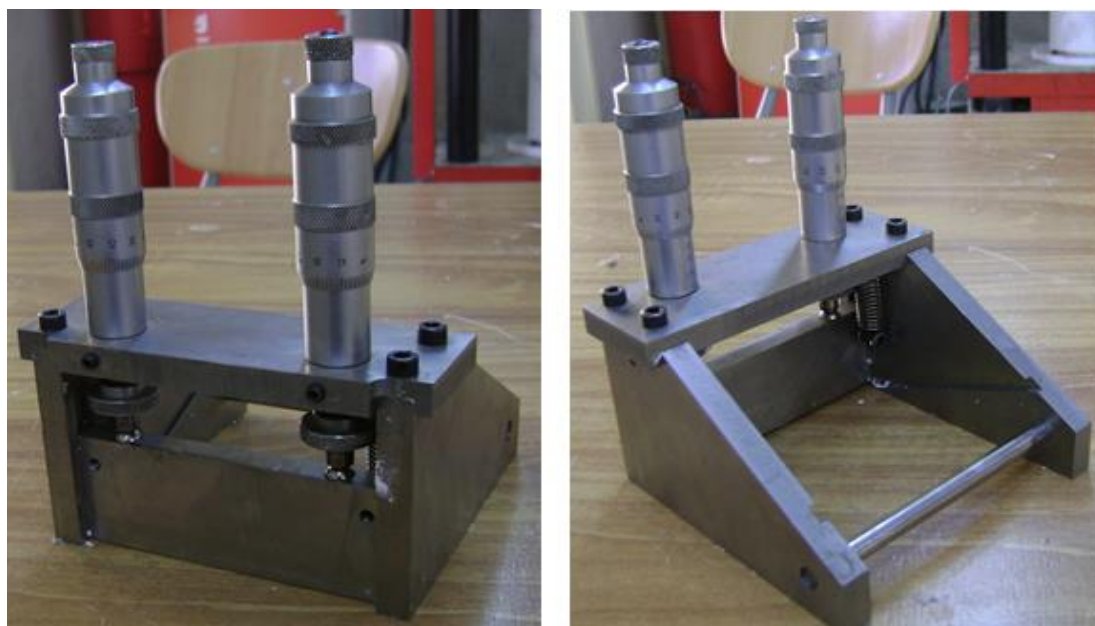
شکل ۴-۱: اصول عملیات ریخته‌گری نواری [۱۹]

شکل ۴-۱ اصول فرایند ریخته‌گری نواری را نشان می‌دهد. یک تیغه ثابت با زاویه مشخص، خمیر سرامیک را بر روی سطح یک فیلم پلی‌مری متحرک با ضخامت مشخص پوشش می‌دهد. بعد از خشک کردن و تفجوشی، لایه‌های نازک سرامیکی تهیه می‌شوند [۱۹].

اگر چه اصول این فرایند بسیار ساده به نظر می‌رسد اما طراحی مناسب تیغه، اجزاء ماشین و ترکیب خمیر سرامیکی این فرایند را پیچیده می‌کند. در فرایند ریخته‌گری نواری دوغاب داخل یک نگه‌دارنده یا محفظه در پشت تیغه دکتر بلید ریخته می‌شود و لایه‌های حمل‌کننده پلیمری شروع به حرکت می‌کنند. فاصله بین تیغه دکتر بلید و لایه حمل‌کننده پلیمری، ضخامت لایه نازک تهیه شده را تعیین می‌کند. سایر پارامترهای مهم در این فرایند شامل عمق محفظه نگه‌دارنده دوغاب، شکل تیغه‌ی دکتر بلید، سرعت حرکت فیلم حمل‌کننده پلی‌مری و گرانش دوغاب می‌باشد. سپس فیلم تر تهیه شده وارد محفظه خشک‌کن می‌شود و حلال‌ها از سطح فیلم نازک بخار شده و فیلم خشک شده از روی سطح فیلم پلیمری جدا می‌شود [۲۰، ۱۹].

شکل ۵-۱ نمای آزمایشگاهی از دستگاه ریخته‌گری نواری را نشان می‌دهد. همچنین سیر تاریخی توسعه فرایند ریخته‌گری نواری در

جدول ۱-۱ نشان داده شده است [۲۰، ۱۹].



شکل ۱-۵: نمایی از یک دستگاه ریخته‌گری نواری آزمایشگاهی

جدول ۱-۱: مراحل پیشرفت تاریخی عملیات ریخته‌گری نواری [۲۰]

۱۹۴۳-۴۵	اولین کار و اولین ماشین ریخته‌گری نواری طراحی و ساخته شده در آزمایشگاه فورت نیوجرسی
۱۹۴۷	انتشار نخستین کتاب در مورد ساخت ورق سرامیک نازک برای خازن به روش ریخته‌گری نواری توسط هاوات، برکنریج، وبرون لو
۱۹۴۷	گلنکو کراپ، اولین شرکت ثبت شده برای تولید خازن‌های ریخته‌گری نواری در نیوجرسی توسط هاوات وفوندراند بود
۱۹۵۲	روش تولید ورق‌های سرامیک با خاصیت دی الکتریک بالا و عایق بالا اولین اختراع ثبت شده توسط هاوات در ایالات متحده بود
۱۹۵۲-۵۴	گسترش کار در شرکت لاوای آمریکا، چتونوگا، تنسه بر ادامه ساخت سرامیک به روش ریخته‌گری نواری
۱۹۵۴	ثبت اختراع ریخته‌گری مداوم در حامل پلیمری غیر قابل نفوذ توسط جان و پارک، شرکت لاوای آمریکا
۱۹۵۸-۵۹	گسترش کار روی سرامیک‌های چندلایه تهیه شده از روش ریخته‌گری نواری

۱۹۶۰	ثبت اختراع توسط گیورک روی سرامیک‌های ریخته‌گری نواری شده به صورت چندلایه
۱۹۶۱	پژوهش بررسی شده توسط جی ال پارک از کمپانی لاوای امریکا در مورد ساخت سرامیک به روش ریخته‌گری نواری
۱۹۶۱	اولین پژوهش روی پخت موادمات و سرامیک‌ها توسط اچ استتسون از RCA-نوارهای لایه‌ای پخت شده در ساختار مونولیتیک
۱۹۶۵	پژوهش بررسی شده توسط جی گیورک از RCA روی روش‌هایی برای ساخت بدنه‌های سرامیکی مونولیتیک چندلایه به روش لایه‌بندی
۱۹۶۷	اولین ارائه روی توسعه فیلم نازک با بسترهای آلومینا تهیه شده به روش ریخته‌گری نواری توسط جی گیورک و اچ استتسون
۱۹۶۷	گزارش‌های IMB در مورد کار روی پکیج‌های سرامیکی چندلایه ساخته شده به روش ریخته‌گری نواری توسط بی اسچوارتز و دی ال ویلوکس "سرامیک‌های لایه‌ای"
۱۹۷۲	پژوهش بررسی شده توسط جی گیورک و اچ استتسون بر روی سرامیک‌های بستر آلومینایی که در آن از روغن ماهی برای نوارهای تولید شده، استفاده شد
۱۹۷۸	اولین نشر قطعی روی فرایند ریخته‌گری نواری توسط آر ای میستلر، دی جی شانفیلد و آر بی رانک "ریخته‌گری نواری سرامیک"، نیویورک
۱۹۹۲	استفاده از ریخته‌گری نواری برای ساخت اشیاء سه بعدی در ایالت یوتا (اشیای لایه‌ای)
۱۹۹۲-۹۶	استفاده از تجهیزات ریخته‌گری نواری برای مواد لایه نازک با ضخامت‌های دقیق برای معرفی در میکروگراور و پوشش شیارهای قالب
۱۹۹۶	تولید اولین نوارهای ۵ میکرونی برای کاربردهای خازنی آزمایشگاهی در ژاپن
۱۹۹۷	بررسی توانایی ریخته‌گری نواری در تولید نوارهای ۵ میکرونی برای استفاده در خازنهای سرامیکی چندلایه به طور پیوسته برای ارایه در بازارهای تجاری در ژاپن و آمریکا
۱۹۹۹	بررسی ریخته‌گری نواری دوغاب آبی آلومینا توسط زنگ یوپینگ و دو تن از همکارانش
۲۰۰۵	تهیه کاپموزیت ZTA به دو روش ریخته‌گری نواری و دوغابی توسط جولینو پیری
۲۰۰۹	استفاده از روش ریخته‌گری نواری در تهیه لایه‌های نازک SiC با استفاده از محلول آبی

۱-۵- معرفی اجزای به کار رفته در عملیات ریخته‌گری نواری

۱-۵-۱- ترکیب دوغاب

یک دوغاب ریخته‌گری نواری بایستی جهت رفع برخی از معیارهای کیفیت نوارهای حاصل، مانند نداشتن نقص در طول خشک شدن، انسجام کافی به‌هنگام جابجایی نوارهای خشک، داشتن ساختار همگن، قابلیت فشرده‌سازی حرارتی خوب، توانایی پاک‌سازی از مواد آلی در اثر حرارت و استحکام مکانیکی بالا بعد از پخت (که این امر مستلزم انتخاب دقیق مواد افزودنی به دوغاب به همراه کنترل دقیق بسیاری از پارامترهای فرایند است) تنظیم شده باشد [۲۱].

دوغاب سیستم آلی بسیار فرار، بی ثبات و تحریک‌کننده و در عین حال قوی بوده و نوار خام یکنواخت از آن به آسانی به دست می‌آید [۲۱]. قواعد کلی که برای آماده‌سازی دوغاب استنباط شده عبارتند از:

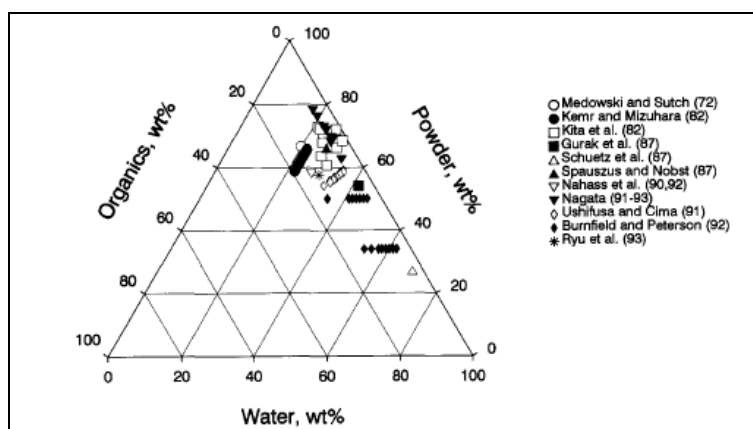
- نسبت بین اجزای آلی و پودر سرامیک در حد امکان کم باشد.
 - به منظور اطمینان از پایداری دوغاب، مقدار پراکنده‌ساز بایستی در کم‌ترین مقدار باشد.
- جهت ساخت نوار انعطاف‌پذیر، مقاوم و جداسازی آسان، نسبت چسب^۱ به روان‌کننده^۲ باید به دقت تنظیم شده باشد [۲۱].

در شکل ۶-۱ و شکل ۷-۱، تلفیقی از ترکیب یک دوغاب آبی نشان داده شده است. در شکل ۶-۱ مطابق با دو معیار ذکر شده، مقدار بسیار کم از آب و افزودنی‌های آلی برای آماده‌سازی یک دوغاب با خواص مطلوب لازم است.

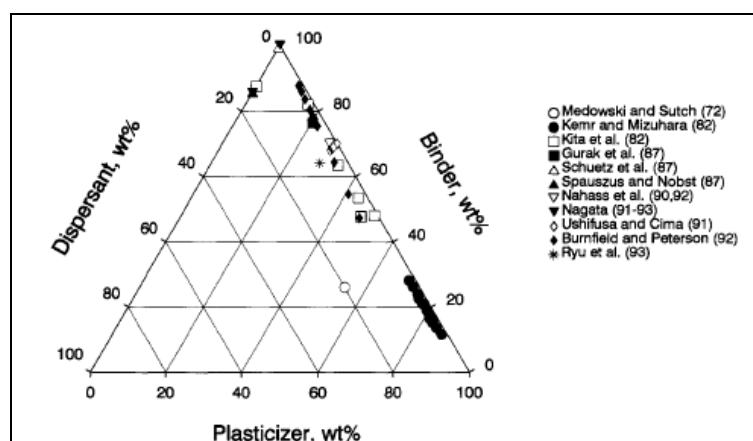
شکل ۷-۱ نسبت‌های متفاوت اجزای آلی استفاده شده را نشان می‌دهد. البته باید توجه شود این طبقه‌بندی مطلق نیست چرا که برخی افزودنی‌ها دارای ویژگی‌های چند منظوره می‌باشند. برای مثال یک چسب خاص می‌تواند نقش پراکنده‌سازی و روان‌کنندگی را به طور هم‌زمان دارا باشد [۲۱].

^۱ Binder

^۲ Plasticizer



شکل ۱-۶: ترکیب دوغاب آبی برای ریخته‌گری نواری [۲۱]



شکل ۱-۷: ترکیب افزودنی‌های آلی استفاده شده در دوغاب ریخته‌گری نواری [۲۱]

به صورت خلاصه یک دوغاب بهینه بایستی منجر به نواریایی بدون ترک در طول خشک شدن، چگالی خام بالا، ساختار همگن مناسب و توانایی فشرده‌سازی حرارتی خوب شود [۲۲].

۱-۵-۲- پودر

بعد از خارج کردن حلال، چسب و سایر اجزاء مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری، پودر تنها جزء باقی‌مانده از ترکیب اولیه است که خواص نهایی قطعه تهیه شده را تحت کنترل دارد. سایر اجزاء موجود در ترکیب اولیه نظیر چسب، روانساز و افزودنی‌ها از قطعه خارج می‌شود. این اجزاء که در نهایت از قطعه خارج می‌شود به تولید شکل دلخواه قطعه و چگالی نهایی مناسب قطعه کمک می‌کند. در بسیاری از حالات در فرایند ریخته‌گری نواری، پودر جزئی است که تولید کننده کم‌ترین کنترل را بر روی آن دارد. برخی مواقع جهت دستیابی به خواص مطلوب پودرهای اولیه به منظور تهیه موفقیت‌آمیز لایه‌های نازک به روش

ریخته‌گری نواری لازم است پودرهای مختلف با هم مخلوط شوند. اندازه، توزیع و شکل ذرات پودر از جمله خواص پودر هستند که اهمیت اساسی در فرایند ریخته‌گری نواری دارند [۱۹].

چگالی تر^۱ ایجاد شده توسط عملیات ریخته‌گری نواری در فرآوری مواد منحصر به فرد است. عملیات ریخته‌گری نواری، تنها عملیاتی است که در آن تنها جاذبه و انقباض حاصل از خشک شدن قطعه سرامیکی در حین فرایند باعث ایجاد چگالی تر نهایی می‌گردد. این عملیات شبیه ریخته‌گری دوغابی بوده، اما بر خلاف آن، نیروهای موئینگی تولید شده توسط قالب‌های متخلخل گچی در عملیات ریخته‌گری نواری وجود ندارد. این خصوصیت منحصر به فرد روش ریخته‌گری نواری، باعث می‌شود که کنترل اندازه و توزیع اندازه ذرات به منظور دستیابی به چگالی تر نهایی بسیار حیاتی باشد [۲۳].

معمولا توزیع مناسبی از اندازه ذرات پودر اولیه برای دستیابی به بالاترین دانسیته تر از روش ریخته‌گری نواری، توصیه می‌شود. توزیع اندازه مناسب در حین عملیات خشک کردن، باعث می‌شود ذراتی که قبلا به خوبی پراکنده شده‌اند به هم چسبیده و یک لایه با دانسیته بالا را ایجاد کنند. نکته اساسی در این زمینه، جمع‌شدگی ذرات پودر به گونه‌ای که بالاترین دانسیته ممکن را ایجاد کند، می‌باشد. ذرات ریز در فضاهای ایجاد شده بین ذرات بزرگ قرار می‌گیرند و بدین‌صورت می‌توانند باعث افزایش چگالی تر گردند [۲۴].

در عملیات ریخته‌گری نواری، یکی از مهم‌ترین مراحل، آسیاکاری است. یکی از دلایل اصلی انجام این کار شکستن کلوخه‌های نرم می‌باشد که عمدتا به دلیل مساحت بالای سطح تماس پودرهای ریز ایجاد می‌شوند. این کلوخه‌ها به علت نیروهای بین ذره‌ای نظیر جاذبه واندروالسی و پیوندهای هیدروژنی ایجاد می‌شوند. به منظور تعیین اندازه و شکل ذرات و همچنین تهیه دوغاب جهت عملیات ریخته‌گری نواری، این کلوخه‌ها باید شکسته شود.

شکل پودرهای به کار رفته در عملیات ریخته‌گری نواری نیز بر روی کیفیت نمونه‌های تولیدی اثر دارد. معمولا شکل ذرات پودر به صورت نامنظم است و به همین علت بین ذرات پلهایی ایجاد می‌شود که از کنار هم قرار گرفتن مطلوب ذرات پودر، جهت دستیابی به بالاترین دانسیته‌ی تر ممکن، جلوگیری می‌کند.

مطالعات تئوری نشان داده است که اگر ذرات کروی بوده و توزیع ذرات پودر مناسب باشد، می‌توان به چگالی بالای ۹۵ درصد دست یافت. در حالت عملی، ممکن است بتوان چنین توزیع اندازه ذراتی را به صورت مصنوعی تولید کرد. اما این نوع توزیع اندازه ذرات اثرات زیادی بر روی رفتار تفجوشی و رشد دانه در حین تفجوشی خواهد داشت که می‌تواند باعث اثرات مخرب بر روی خواص مورد انتظار گردد. با استفاده از

¹ Green density

پراکنده‌سازهای مناسب و آسیاکاری مطلوب می‌توان اثر توزیع نامطلوب ذرات پودر در عملیات ریخته‌گری نواری را کاهش داد [۲۳].

مساحت رویه سطح پودرها اهمیت زیادی دارد. زیرا این فاکتور مهم‌ترین عامل در زمینه برهم‌کنش بین افزودنی‌های آلی مثل چسب‌ها و پراکنده‌سازها و پودر هستند. معمولاً این افزودنی‌ها به‌صورت درصدی از وزن پودر موجود در سیستم اضافه می‌شوند. میزان مساحت سطح پودرها در واقع میزان فضای اندرکنش این افزودنی‌ها با سطح پودرهای مورد استفاده را نشان می‌دهد [۲۰، ۲۳].

وزن ذرات عامل مهم دیگری است که باید در تهیه دوغاب‌ها مورد توجه قرار گیرد. پودرهایی با چگالی بالا نظیر SiC با چگالی در حدود 3 g/cm^3 ، جهت دوغاب‌سازی نیاز به استفاده از ذرات ریزتری دارند. شیمی پودر و شیمی سطح پودرها اثر زیادی بر پایداری دوغاب‌ها و انجام موفقیت‌آمیز عملیات ریخته‌گری نواری دارد [۲۳].

۱-۵-۳- حلال‌ها

ریخته‌گری نواری در واقع عملیات شکل‌دهی سیال^۱ است. برای تهیه نمونه‌های دو بعدی از ذرات منفرد لازم است که پودر به صورت واحد عمل کند. برای دستیابی به چنین درجه‌ای از شکل‌پذیری لازم است ذرات در یک سیال پراکنده شوند. این مایع به اصطلاح حلال نامیده می‌شود. این مایع هم‌چنین برای توزیع یکنواخت سایر اجزاء مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری در حین عملیات دوغاب‌سازی استفاده می‌شود و در واقع شامل ذرات سرامیکی در یک پراکنده‌ساز می‌باشد، به گونه‌ای که تبخیر شده و تبدیل به یک فیلم نازک متراکم گردد. سایر عوامل ممکن است شامل چسب، روانساز، عامل جداکننده و عامل ترک‌کنندگی باشند [۲۱]. در طی سالیان بعضی از حلال‌ها به عنوان حلال‌های استاندارد مورد توجه قرار گرفته‌اند. از جمله حلال‌های استاندارد، اتانول، متانول، تولوئن، متیل‌اتیل‌کتون، گزیلین می‌باشند. انتخاب حلال تابع عوامل افزودنی موجود در سیستم است. در طراحی سیستم‌های ریخته‌گری نواری ابتدا پودر و سپس چسب و حلال انتخاب می‌گردند. حلال باید پراکنده‌ساز، روانساز و غیره را در خود حل کند به منظور حل کردن طیف وسیعی از افزودنی‌های خاص، گاهی هم‌زمان از چند حلال استفاده می‌شود. استفاده از محلول چندین حلال^۲، مزایایی

^۱ Fluid forming

^۲ Azeotrop

از قبیل کنترل بهتر خصوصیات خشک شدن لایه‌های نازک سرامیکی، کنترل بهتر خواص رئولوژیکی، کاهش هزینه و امنیت مناسب را دارا است [۲۳].

به صورت خلاصه خصوصیات مهم یک حلال عبارت از قابلیت حل کردن اجزاء مختلف، پخش یکنواخت ذرات پودر و سایر افزودنی‌ها، تبخیر سریع و سمی نبودن می‌باشد [۲۳]. حلال مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری نباید پودر را تحت تأثیر قرار دهد [۲۴]. آخرین فاکتور انتخاب حلال، هزینه است.

سرعت خشک کردن فاکتور تعیین کننده در سرعت عملیات ریخته‌گری نواری است که افزایش آن، سرعت تولید را افزایش خواهد داد. دلیل بسیار مهم امتناع تولیدکننده‌ها از استفاده از حلال‌های آبی، علاوه بر بالا بودن گرمای نهان تبخیر و مشکلات کیفیتی، سرعت تبخیر آهسته نمونه‌های تهیه شده از این نوع دوغاب‌ها است که موجب کاهش سرعت تولید می‌گردد [۲۳]. در مقابل حلال‌های آلی به سرعت خشک می‌شود و نمونه‌های حاصل از آن دارای چگالی بالا و ظاهری خوب می‌باشند [۲۱].

سرعت تبخیر بالا، عامل ایجاد پدیده‌ای با نام پوست خشک است که روی سطح محفظه دوغاب پوسته‌ای ایجاد می‌کند و باعث می‌شود که در امتداد طول نمونه‌های تولیدی ترک‌هایی ایجاد شود. ایجاد پوست در فرایندهای ریخته‌گری نواری اجتناب ناپذیر است اما به کمک عوامل مختلف باید تا حد امکان ایجاد آن را به تأخیر انداخت [۲۵].

به منظور افزایش سرعت خشک شدن دو راه حل وجود دارد:

● اضافه کردن مقداری اتانول ۹۵٪ به حلال معمولاً سرعت تبخیر را کاهش داده و ایجاد لایه بدون حلال در

سطح را به تأخیر انداخته و بنابراین اجازه می‌دهد کل نوار با سرعت بالاتری خشک شود [۲۵].

● استفاده از مقادیر کم حلال‌هایی با سرعت تبخیر کم که ایجاد پوست را به تأخیر می‌اندازد. این مواد

گاهی با عنوان همگن‌کننده^۲ شناخته می‌شوند [۲۳].

اتانول و ایزوپروپانول حلال‌های معروف و معمول مورد استفاده جهت عملیات ریخته‌گری نواری می‌باشد. این حلال‌ها دارای سرعت مناسب خشک شدن، قیمت مناسب و از نظر مسائل زیست‌محیطی مشکلات کمی دارند. سیستم‌های کاملاً آبی در سالیان اخیر مورد تحقیق فراوان قرار گرفته‌اند. [۲۵].

^۱ Skin formation or skin retarder

^۲ Homogenizer

۱-۵-۴- همگن‌کننده‌ها

همگن‌کننده‌ها افزودنی‌هایی هستند که به منظور یکنواختی سیستم، به آن اضافه می‌گردند. ایده همگن‌کننده در عملیات ریخته‌گری نواری، قدمت زیادی دارد. در حقیقت نقش همگن‌کننده‌ها در سیستم‌های ریخته‌گری نواری، جلوگیری از پدیده پوست خشک می‌باشد.

وجود این مواد در محلول باعث می‌شود سطح بیرونی لایه نازک سرامیکی تر نگه داشته شود و بنابراین حلال و ذرات فرار دیگر موجود در داخل قطعه بتوانند به روی سطح نفوذ کرده و عملیات خشک شدن به صورت همگن و با سرعت بالاتری انجام گیرد. این امر سبب جلوگیری از پدیده ایجاد پوست می‌شود [۲۳].

۱-۵-۵- عامل فعال‌کننده‌ی سطح (سورفاکتانت)^۱

سورفاکتانت در لغت به معنای عامل فعال‌کننده سطح است. به گونه‌ای که با قرار گرفتن بر روی سطوح خارجی پودرها خصوصیات آن‌ها را تحت تاثیر قرار می‌دهند. یکی از انواع آن‌ها دفلوکولانت^۲ می‌باشد. دفلوکولانت یا عامل دفلوکوله‌کننده افزودنی است که ذرات موجود در سیستم را از هم جدا نگه می‌دارد. به عبارت دیگر دفلوکولانت عاملی است که با افزایش دادن دافعه‌ی بین ذرات به روش‌های شیمیایی و فیزیکی از فلوکوله شدن سوسپانسیون‌ها جلوگیری می‌کند. برای یک دفلوکولانت در واقع چهار وظیفه قابل تصور است [۲۳]:

۱- جدا نگه داشتن ذرات اصلی از هم به صورتی که چسب بتواند بر روی سطح ذرات به صورت منفرد پوشش داده شود.

۲- افزایش میزان ذرات جامد موجود در دوغاب به منظور حفظ سیالیت لازم بعد از اضافه کردن چسب.

۳- کاهش میزان حلال موجود در سیستم به منظور کاهش هزینه‌ها.

۴- تسهیل خروج افزودنی‌های مختلف اضافه شده به قطعه ریخته‌گری شده، به منظور دستیابی به خواص مطلوب بعد از تفجوشی.

^۱ Surfactant: Surface Active Agents

^۲ Deflocculant

تهیه یک دوغاب با ذرات کاملاً پراکنده، مرحله اول در انجام عملیات ریخته‌گری نواری است [۱۹]. دلایل مختلفی را در رابطه با ضرورت دفلوکولانت بودن دوغاب در عملیات ریخته‌گری نواری می‌توان ذکر کرد. از مهم‌ترین این دلایل می‌توان به موارد زیر اشاره کرد.

۱- ذراتی که به یک دوغاب اضافه می‌شوند معمولاً در حالت کلوخه‌ای هستند. این پدیده به خصوص هنگامی که اندازه ذرات پودر ریزتر هستند بیشتر مشاهده می‌شوند. این گروه‌های به هم چسبیده از ذرات، تمایل به حبس هوا در فضای بین ذرات کلوخه شده دارد. اگر این کلوخه‌ها شکسته نشوند، هوای حبس شده باعث وجود آمدن مشکلاتی حین تهیه لایه‌های نازک سرامیکی می‌شود. ترکیدن حباب‌های هوای حبس شده باعث مشکلاتی در خشک شدن، ایجاد حباب در قطعه تر تهیه شده و یا ایجاد تخلخل در قطعه تفجوشی شده می‌گردد [۲۶].

۲- هنگامی که چسب‌های پلیمری^۱ اضافه می‌شوند اگر ذرات به صورت کلوخه شده باشند، آن‌گاه چسب به جای احاطه کردن هر ذره، مجموعه‌ای از ذرات را احاطه می‌کند. این اثر که تئوری زیپربگ^۲ نامیده می‌شود، باعث پایداری ذرات چسبیده به هم در طی فرآیندهای آینده می‌شود. وجود چنین ذرات به عنوان مثال هنگام تفجوشی باعث ایجاد حفره و ترک می‌شود.

۳- یک دوغاب با ذرات کاملاً پراکنده دانسیته بالاتری ایجاد می‌کند.

۴- یکی از راه‌های تهیه همگن و تکرار پذیر لایه‌های نازک سرامیکی در حالت تر و پخت شده، تهیه دوغاب همگن با ذرات کاملاً پراکنده است. وجود کلوخه‌ها و ذرات به هم چسبیده باعث ایجاد ناهمگنی در نمونه‌های تولیدی مانند ایجاد مناطقی با تخلخل بالا و حفره‌ها می‌شود.

یکی از پارامترهایی که رابطه مستقیمی با میزان پراکندگی ذرات در دوغاب دارد، دانسیته تر نمونه‌های تولیدی است. با افزایش پراکندگی ذرات، دانسیته تر ذرات تولیدی بیشتر خواهد بود. این پارامتر اغلب جهت تعیین میزان پراکنده‌ساز لازم جهت تهیه لایه نازک سرامیک در فرایند ریخته‌گری نواری به کار می‌رود. وجود پراکنده‌ساز از به هم چسبیدن ذرات جلوگیری کرده و سبب همگن بودن نمونه‌ها می‌شود [۲۶].

پراکنده‌سازی ذرات در عملیات ریخته‌گری نواری در سه مرحله انجام می‌گیرد. مرحله اول، ترشدگی سطح ذرات با سیال است. بعد از ترشدن سطح ذرات، کلوخه‌های نرم توسط نیروی الکتروستاتیک و کلوخه‌ها توسط نیروی جاذبه واندروالسی در کنار هم قرار می‌گیرند. مرحله دوم پراکنده‌سازی مکانیکی ذرات اولیه است. بعد

¹ Polymeric binder

² Zipper bag theory

از پایان مرحله دوم، ذرات به صورت تقریباً یکنواخت در سیال پراکنده شده‌اند. مرحله سوم شامل محافظت و پایدارسازی ذرات پراکنده حاصل از مرحله دوم است [۲۰، ۲۶].

آسیاهای مختلفی به منظور پراکنده‌سازی ذرات سرامیکی مورد استفاده قرار می‌گیرند که در بسیاری از موارد محفظه مورد استفاده از جنس پلی‌آمید است. آسیاکاری مکانیکی علاوه بر پراکنده‌سازی ذرات باعث مخلوط‌شدن اجزاء موجود در سیستم شده و ترکیب همگن‌تری را فراهم می‌کند [۲۷].

وجود حالت اغتشاش در دوغاب حین آسیاکاری به پراکنده شدن بیشتر ذرات و شکستن کلوخه‌ها کمک می‌کند. به‌علاوه کلوخه‌ها می‌تواند به کمک ضربات حاصل از گلوله‌های موجود در آسیا شکسته شود که در این صورت، فرصت برای پراکنده‌سازها و سایر عوامل موجود در سیستم ایجاد می‌شود تا روی سطوح پودرها به صورت مؤثرتری جذب شوند و بدین طریق کارایی افزودنی‌های موجود در سیستم افزایش یابد [۲۷].

به صورت خلاصه می‌توان گفت که پراکنده‌ساز اولین عامل افزودنی به دوغاب بوده و آسیاکاری بعد از اضافه کردن چسب به جداماندن ذرات کمک می‌کند. چسب‌های پلیمری گاهی به عنوان پراکنده‌ساز قوی نیز عمل می‌کنند. در بعضی موارد مشاهده شده است که اثر چسب در پراکنده‌سازی ذرات از پراکنده‌ساز اولیه بسیار قوی‌تر است [۲۵].

به طور کل هدف از اضافه کردن پراکنده‌ساز جدا نگه داشتن ذرات از هم، ترک کردن ذرات و نگهداری سیال بین ذرات اصلی است و به‌علاوه چسب جهت انجام فعالیت خود نیاز دارد که ذرات از هم جدا باشند. جدا بودن ذرات از هم اجازه می‌دهد که چسب بتواند به صورت کامل به هر ذره به صورت مجزا بچسبد، در غیر این صورت به یک دسته از ذرات چسبیده و در مراحل بعدی عملیات، قطعه دچار نقص می‌گردد [۲۲، ۲۵].

۱-۵-۶- چسب‌ها^۱

در هر عملیات شکل‌دهی سرامیک، به منظور شکل‌دهی نمونه‌های سرامیکی و نگهداری ذرات سرامیکی در کنار هم، از چسب‌ها استفاده می‌شود. بعضی از این چسب‌ها به صورت طبیعی در ساختار وجود دارند، بعضی از نیروهای بین ذره‌ای استفاده می‌کنند، و در بسیاری از موارد از مواد پلیمری استفاده می‌شود که در حالت تر نرم هستند و در حالت خشک استحکام بالایی دارند.

چسب‌ها احتمالاً مهم‌ترین عامل در تهیه سرامیک‌ها هستند و نقش اساسی در عملیات ریخته‌گری نواری دارند. در واقع بستری را فراهم می‌کنند که به صورت شبکه پیوسته، ذرات سرامیکی را در کنار هم نگه

^۱ Binders

می‌دارد [۲۳]. به عبارت دیگر از طریق پل‌های آلی بین ذرات سرامیکی استحکام نوار خام بعد از تبخیر حلال را فراهم می‌کنند [۲۱].

چسب‌ها بیشترین اثر را در خواصی مانند استحکام، قابلیت انعطاف، پلاستیسیته، قابلیت لایه‌گذاری کردن، چقرمگی، عمر و صافی سطح دارند. فاکتورهای مهم در مورد انتخاب یک چسب مناسب شامل حلالیت، گرانروی، قیمت، استحکام، دمای شیشه‌ای شدن، اتمسفر پخت سرامیک، نوع و مقدار خاکستر باقی‌مانده پس از سوختن و خارج شدن محصولات جانبی حاصل می‌باشد [۲۳].

بجز پلی‌اورتان که توسط کیتا و همکارانش به آن اشاره شد [۲۱]، به‌طور عمده دو گروه کلی از چسب‌ها تحت عنوان پلی‌اکریلات^۱ و پلی‌وینیل^۲ در فرایند ریخته‌گری نواری مورد استفاده قرار می‌گیرند. هر کدام از این دو گروه مزایا و معایب خاص خود را دارند. مهم‌ترین تفاوت این دو دسته تفاوت در خصوصیات سوختن و باقی‌مانده حاصل از سوختن این دو نوع چسب می‌باشد. مهم‌ترین خاصیت مشترک تمام چسب‌ها، قابلیت ایجاد فیلم^۳ می‌باشد. زیرا لایه نازک سرامیکی تهیه شده به روش ریخته‌گری نواری در ابتدای فرایند، در واقع یک لایه نازک پلیمری است که ذرات سرامیکی در آن وارد شده‌اند.

چسب‌های مورد استفاده، مواد پلیمری با زنجیره‌های طولانی هستند. در صورتی که طول زنجیره پلیمری کم باشد پلیمرهایی با وزن مولکولی پایین‌تر داریم که محلول‌هایی با سیالیت کمتر ایجاد می‌کنند. بنابراین می‌توان دوغابی با حجم ذرات جامد بالاتر تهیه کرد. این امر سبب می‌شود که قطعه تهیه شده استحکام مکانیکی پایین‌تری داشته باشد [۲۳].

سلولز یک پلی‌ساکارید طبیعی است که توسط حلقه‌های مونومری تشکیل شده است و دارای یک ساختار گلوکز تغییر داده شده است. این نوع چسب به دلیل اینکه محلول در آب است، بیشتر در محلول‌های آبی مورد توجه قرار گرفته است [۲۱، ۲۳]. معایب زیاد چسب‌های سلولزی باعث شده تا عملاً این نوع چسب‌ها استفاده چندانی در سیستم‌های ریخته‌گری نواری نداشته باشند. مهم‌ترین عیب چسب‌های سلولزی اتفاق افتادن پدیده ضخیم شدن^۴ است. متیل سلولز^۵ و اتیل سلولز^۶ معمول‌ترین مواد سلولزی مورد استفاده در سیستم‌های ریخته‌گری نواری می‌باشند. این مواد دوغاب‌هایی با سیالیت بالا ایجاد می‌کنند که برای عملیات ریخته‌گری نواری بسیار مخرب است. کاهش حجم جامد موجود باعث افزایش احتمال شکست در زمان

¹ Polyacrylates

² POolyvinyls

³ Film formability

⁴ Tackening

⁵ Methyl cellulose

⁶ Ethyl cellulose

عملیات خشک کردن می‌شود. به علاوه هوازدایی سیستم‌هایی که از سلولز به عنوان چسب استفاده می‌کنند مشکل است. این سیستم‌ها تمایل به ایجاد حباب‌های بزرگ دارند [۲۳]. عیب دیگر چسب‌های سلولزی محدود بودن تعداد روانسازهای قابل استفاده با این نوع چسب است [۲۵]. چسب‌های اکریلیک نیز به صورت وسیعی مورد استفاده قرار گرفته‌اند. بعضی از مزایای چسب‌های اکریلیک، قیمت مناسب، مقدار کم مواد باقی‌مانده حاصل از سوختن در محیط‌های خنثی یا احیاکننده، استحکام و حلالیت مناسب می‌باشد. چسب‌های اکریلیک کاملاً با چسب‌های وینیلی از نظر مکانیزم تجزیه شدن متفاوت هستند. وینیل‌ها هنگام تجزیه شدن می‌سوزند ولی اکریلیک‌ها هنگام حرارت دادن تجزیه و بخار می‌شوند. چسب‌های اکریلیکی هم‌چنین باعث انعطاف‌پذیر شدن لایه‌های نازک تهیه شده می‌شوند و بنابراین می‌توانند به عنوان روانسازهایی مطرح شوند که بعد از تجزیه شدن بقایایی از خود باقی نمی‌گذارند.

مهم‌ترین وینیل مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری، پلی‌وینیل‌بوتیرال است که به عنوان PVB نیز نامیده می‌شود. نام تجاری این محصول بوتوار^۱ است. در کل PVB را می‌توان به عنوان معمول‌ترین چسب مورد استفاده در تهیه لایه‌های نازک سرامیکی معرفی نمود [۲۳].

پلی وینیل الکل^۲ (PVA) عمدتاً به عنوان یک چسب محلول در آب مطرح شده است. به همین دلیل جهت تهیه لایه‌ی نازک سرامیکی در محلول‌های آبی از این ترکیب به عنوان چسب استفاده می‌شود. PVC نیز در بعضی از مطالعات به عنوان چسب مورد مطالعه قرار گرفته است. اما این ماده به عنوان چسب در سیستم‌های سرامیکی چندان معمول نیست. هنگامی که از ترکیبات وینیلی به عنوان چسب استفاده می‌شود باید به محصولات ناشی از سوختن در دمای بالا و اندرکنش‌های احتمالی توجه داشت. به علاوه روانسازهای مورد استفاده برای گروه‌های وینیلی متنوع هستند. جدول ۱-۲ چسب‌های وینیلی و اکریلیک مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری را نشان می‌دهد [۲۳].

^۱ Butvar

^۲ Polyvinyl alcohol

جدول ۲-۱: چسب‌های وینیلی و اکریلیک مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری [۲۳]

ترکیب	عنوان
پلی وینیل الکل	PVA
پلی وینیل اکریلات	PVAC
پلی وینیل پیرولیدین	PVP
پلی اکریلیک اکسید	PAA
اکریلیک اکسید/ اکریلیک استر	AE/AA
پلی اتیل اکریلات	PEA
پلی متا اکریلیک اکسید	PMAA
آمونیم پلی اکریلات	NH ₄ PA
آمونیم پلی متا اکریلات	NH ₄ PMA

۱-۵-۷- روانسازها (پلاستی سائزها)

بیشتر سیستم‌های ریخته‌گری نواری دارای افزودنی هستند که روانساز نامیده می‌شود و به منظور نرم کردن چسب در حالت خشک و نیمه‌خشک استفاده می‌شود. این واژه در مورد هر نوع افزودنی استفاده می‌شود که به لایه نازک قابلیت خمش و شکل‌پذیری می‌دهد. می‌توان روانساز را به عنوان ماده‌ای در نظر گرفت که انعطاف‌پذیری، قابلیت شکل‌دادن یا کشیدن لایه‌های نازک ایجاد شده را افزایش می‌دهد.

بیشتر چسب‌هایی که در عملیات ریخته‌گری نواری استفاده می‌شوند باعث ایجاد لایه‌هایی قوی با استحکام بالا و شکننده می‌شوند. در بعضی از مراحل این فرایند احتیاج است که بتوان لایه‌ها را خم یا سوراخ نمود یا عملیاتی مشابه انجام داد. نقش روانساز این است که به لایه‌های نازک ایجاد شده انعطاف‌پذیری ببخشد. این مواد با اثر روی چسب‌ها باعث افزایش انعطاف‌پذیری آن‌ها می‌شوند.

روانسازها از نظر نوع مکانیزم عملاً به دو دسته کلی تقسیم می‌شوند. نوع اول موادی هستند که زنجیره‌های پلیمری را نرم کرده و به آن‌ها اجازه می‌دهند انعطاف‌پذیری بیشتری داشته باشند. این نوع روانسازها به عنوان نوع اول، تعدیل‌کننده‌ها، روانساز داخلی^۱ یا حلال چسب^۲ مطرح می‌شوند. در واقع این نوع روانسازها بر روی قدرت پیوندهای مولکولی پلیمرهای بین ذرات سرامیکی (چسب‌ها) تأثیر می‌گذارند. لذا با افزایش آن شیب منحنی تنش-کرنش کاهش می‌یابد [۲۰، ۲۳].

^۱ Internal plasticizer

^۲ Binder solvent

رواناسازهای نوع دوم باعث افزایش خاصیت پلاستیسیته لایه نازک‌تر سرامیکی می‌شوند. به عنوان مثال اضافه کردن روغن زیتون باعث کاهش اصطکاک بین ذرات شده و در واقع به عنوان روانساز عمل کرده و با آسان‌تر کردن حرکت ذرات زمینه، به لایه نازک ایجاد شده اجازه می‌دهد که بهتر تغییر شکل پلاستیک دهند و در واقع میزان کشیدگی تا شکست لایه‌های نازک تهیه شده را افزایش می‌دهد [۲۵]. افزودنی‌هایی که باعث روانسازی شبکه پلیمری می‌شوند به عنوان روانسازهای نوع دوم مطرح می‌شوند [۲۳].

استفاده هم‌زمان از روانسازهای نوع اول و دوم نه تنها باعث می‌شود پلیمرهای موجود در سیستم تسلیم شوند، بلکه حرکت ذرات در داخل شبکه پلیمری آسان‌تر می‌شود [۲۵].

رواناسازهای نوع دوم که به عنوان روانساز در بستر نوارهای تولیدی عمل می‌کنند نه تنها باعث تحرک بهتر اجزاء در داخل نوار می‌شوند بلکه از پیوند مقطعی^۱ بین زنجیره‌های مولکولی هم جلوگیری می‌کنند [۱۹]. افزایش تحرک باعث افزایش کرنش تا شکست قطعه تهیه شده و کاهش تنش تسلیم آن می‌گردد. این خاصیت باعث می‌شود که احتمال ترک خوردن قطعه حین مراحل مختلف از جمله جابجایی حین عملیات کاهش می‌یابد اما به علت افزایش احتمال تغییر شکل پلاستیک می‌تواند اثرات مخربی در حین عملیات تفجوشی داشته باشد.

یکی دیگر از مزایای پلاستی‌سایزر نوع دوم این است که این افزودنی قبل از فرایند خشک شدن به عنوان روانساز نیز عمل می‌کند. دوغاب‌های مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری حجم بالایی از ذرات جامد دارند و در حین عملیات ریخته‌گری، رفتار نازک‌شدن برشی^۲ از خود نشان می‌دهند. هنگامی که دوغاب‌ها این رفتار را از خود نشان می‌دهند اضافه کردن روانساز به منظور افزایش قابلیت تحرک ذرات ضروری است [۲۵]. به علاوه هایشی و همکاران مشاهده کرده‌اند که روانسازی ذرات به جلوگیری از رفتار نازک‌شدن برشی نیز جلوگیری می‌کند. وجود چنین رفتاری در مورد سیالیت دوغاب تهیه شده باعث می‌شود هنگام تهیه لایه نازک در قطعه ترک‌ها یا شیارهای سطحی و کناری ایجاد شود. افزودن روانساز از این پدیده مخرب تا حدود زیادی جلوگیری می‌کند.

مزیت دیگر روانسازهای نوع دوم این است که می‌تواند به عنوان عامل جدا کننده لایه‌های نازک تهیه شده از سطح حمل کننده فیلم نازک نظیر فولاد، پلی‌مر، گرانیات و شیشه به کار روند. همچنین این نوع مواد برهم‌کنش مخرب با سایر اجزاء ندارند که مزیت بسیار مهمی در عملیات ریخته‌گری نواری می‌باشد [۱۹].

^۱ Cross linking

^۲ Shear thinning

استفاده زیاد از حد روانساز باعث می‌شود نوار حالت الاستیک پیدا کرده و می‌تواند باعث خرابی سطح قطعه شود. به علاوه باعث کاهش چسبندگی لایه‌های نوار به هم شده و چسبندگی نوار به لایه حمل‌کننده پلیمری را افزایش می‌دهد [۲۵]. استفاده بیش از حد روانساز نوع دوم علاوه بر جدایش ذرات، باعث می‌شود که تنش تسلیم دوغاب تهیه شده بسیار کاهش یابد و دوغاب تهیه شده قابلیت حفظ شکل تحت وزن یا نیروهای اعمالی حین فرایند را نداشته و غیر قابل استفاده شود.

در بعضی از سیستم‌های ریخته‌گری نواری چسب با روانساز مورد استفاده سازگاری ندارد. هنگامی که روانساز با چسب مورد استفاده تمایل شیمیایی داشته باشند به صورت همگن باقی نمی‌ماند. این اثر باعث می‌شود بعضی از نوارها دچار عیوبی نظیر اثر قطره بارانی بر روی سطح خارجی نمونه‌های تهیه‌شده شوند. اندرکنش بین چسب و پراکنده‌ساز به عوامل زیادی نظیر نوع چسب، نوع پراکنده‌ساز، شیمی سطح پودرها، حلال مورد استفاده، توزیع اندازه پودرها، مقدار و نوع روانساز بستگی دارد [۱۹].

یکی از پارمترها که گاهی در مورد عملیات ریخته‌گری نواری نادیده گرفته می‌شود، زمان است. بعضی واکنش‌ها و اندرکنش‌ها بین اجزاء دوغاب با گذشت زمان و در طی یک دوره زمانی خاص انجام می‌شود [۲۵]. اضافه کردن پراکنده‌ساز بدون حضور چسب باعث می‌شود موفقیت عملیات ریخته‌گری نواری افزایش یابد. علت این امر این است که ابتدا پراکنده‌سازها به‌صورت مؤثری بتوانند سطوح پودرها را پوشش دهند و بعد از اضافه کردن چسب این امکان وجود دارد که چسب‌ها در جای لازم، یعنی بین ذرات پودر به صورت شبکه پیوسته قرار بگیرند [۱۹].

هنگامی که چسب و پراکنده‌ساز به‌صورت هم‌زمان اضافه می‌شوند، رقابتی بین این دو عامل برای زودتر رسیدن به سطح و جذب بر روی سطح ایجاد می‌شود که باعث کاهش مقدار پراکنده‌ساز جذب شده روی سطح شده و هم‌زمان میزان چسب در شبکه بین ذرات کمتر می‌شود، که می‌تواند اثرات مخربی داشته باشد. این پدیده علاوه بر ایجاد پدیده زیپ‌بگ باعث ایجاد پدیده دیگری به نام چسب آزاد^۱ می‌شود. چسب آزاد، میزان چسبی را نشان می‌دهد که به منظور کارکرد اصلی چسب عمل نمی‌کند [۱۹].

۱-۶- مروری بر پژوهش‌های پیشین

در سال‌های اخیر به علت ملاحظات زیست‌محیطی و آلودگی حاصل از مواد شیمیایی مورد استفاده در محلول‌های آلی، مطالعات به سمت استفاده از محلول‌های آبی در ریخته‌گری نواری جلب شده است زیرا

^۱ Free binder

آلودگی کمتری ایجاد می‌کنند و برای ساخت نمونه‌های نازک مناسب‌تر می‌باشند [۱۹]. ریخته‌گری نواری پودرهای سرامیکی آلومینا در سال ۱۹۹۴، توسط هوتزا و گریل، انجام و ترکیب دوغاب و سایر پارامترهای مرتبط با ریخته‌گری نواری آبی مورد بررسی قرار گرفت. در این پژوهش از پودر آلومینا استفاده شد. دوغاب، حلال‌های قابل استفاده و افزودنی‌های لازم جهت عملیات ریخته‌گری بررسی و با هم مقایسه شد. همچنین زمان انجام مراحل و چگونگی آن مورد بررسی قرار گرفت. و در پایان خواص نمونه‌های تولیدی مورد بررسی قرار گرفت [۲۱].

دوریا و همکارانش در سال ۱۹۹۸ خواص مکانیکی نوارهای خام آلومینای به‌دست آمده به روش ریخته‌گری نواری آبی، را در محلول نمک آمونیوم پلی‌اکریلات با وزن مولکولی پایین به عنوان پراکنده‌ساز و چسب امولسیون اکریلیک پایدار پراکنده در آب، مورد مطالعه قرار دادند. در این پژوهش پخت در دمای 1600°C با نرخ $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و زمان ۳ ساعت انجام گرفته است [۲۸].

در سال ۱۹۹۵ روکسل و چارتیر کامپوزیت سرامیک آلومینا/زیرکونیا ساخته شده به روش ریخته‌گری نواری آبی را مورد مطالعه قرار دادند. چسب از نوع PVP و روانساز مخلوطی از پلی اتیلن گلیکول (PEG) و فسفات بوتیل بوده و فسفات استر بهینه شده در MEK/ETOH به عنوان پراکنده‌ساز و یک ترکیب بهینه از ترکیبات آلی برای ریخته‌گری نواری تعریف شده است. آماده سازی دوغاب در دو مرحله انجام شده است. در مرحله نخست پراکندگی پودر به کمک پراکنده‌ساز در حلال و در مرحله دوم همگن‌سازی دوغاب، چسب و روانساز به وسیله‌ی آسیاکاری به مدت ۲۴ ساعت به طور مداوم و با سرعت پایین جهت هوازدایی و جلوگیری از ته‌نشینی صورت گرفته است. در این مطالعه به منظور جلوگیری از جمع‌شدگی لایه نازک روی دوغاب، پراکنده‌ساز قبل از چسب اضافه شد و دو پارامتر نسبت حجم ذرات جامد و نسبت حجم چسب به پلاستی‌سایزر جهت بهبود کیفیت نوار خام انتخاب گردید. سرانجام نوارها توسط دستگاه ریخته‌گری نواری ریخته‌گری شد و بعد از پخت به چقرمگی شکست $8\text{ MPa m}^{1/2}$ دست یافتند [۲۹].

زنگ یوپینگ و دو تن از همکارانش در سال ۱۹۹۹ به بررسی ریخته‌گری نواری دوغاب آبی آلومینا پرداختند. جدول ۱-۳ و جدول ۱-۴ به ترتیب ترکیب دوغاب و خلاصه فرایند ریخته‌گری نواری انجام گرفته توسط زنگ یوپینگ را نشان می‌دهد [۳۰].

جدول ۳-۱: ترکیب دوغاب ریخته‌گری نواری آبی آلومینا [۳۰]

اجزا	درصد وزنی	عملکرد
Al_2O_3	۵۴-۶۱	پودر
NH_4PAA	۱/۱-۲/۴	پراکنده‌ساز
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	۱/۶-۲	بازدارنده رشد دانه
PEG	۱/۴-۳/۲	روان‌ساز
Glycerin	۲/۶-۴/۶	روان‌ساز
PVA	۳/۷-۴/۵	چسب
Water	۳۳/۸-۳۷/۵	حلال

جدول ۴-۱: خلاصه فرایند انجام گرفته توسط زنگ یوپینگ و همکاران [۳۰]



تارلاز و همکاران در سال ۱۹۹۹ رفتار تریبولوژیکی^۱ کامپوزیت‌های ورقه‌ای ZTA را مورد مطالعه قرار دادند. از آلومینا و پلی‌کریستال زیرکونیا با ساختار تتراگونال شروع شده و پلی‌وینیل‌بوتیرال^۲ به عنوان چسب و کریسرول‌تری‌اولیت (GTO) به عنوان پراکنده‌ساز، MEK/ETOH به عنوان حلال و از روان‌ساز

^۱ Tribological behaviour

^۲ Poly-vinylbutyral

بوتیل‌بنزیل‌فتالات^۱ استفاده شد. محیط آسیاکاری ظرف تغلونی با گلوله‌های آلومینایی-زیرکونیایی و پخت به مدت ۱ ساعت در 1550°C بوده است [۱۷].

در جدول ۱-۵ درصد عناصر به‌کار رفته در دوغاب ریخته‌گری نواری مورد مطالعه توسط تارلاز و همکاران به تفکیک بیان شده است.

جدول ۱-۵: درصد عناصر بکار رفته در دوغاب ریخته‌گری نواری [۱۷]

عملکرد	درصد وزنی	اجزا
پودر	۵۸/۹۶	$\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$
پراکنده ساز	۰/۹۴	GTO
پلاستی سائزر	۵/۳۱	BBP
چسب	۵/۳۱	PVB
حلال	۲۹/۴۸	MEK/EtOH

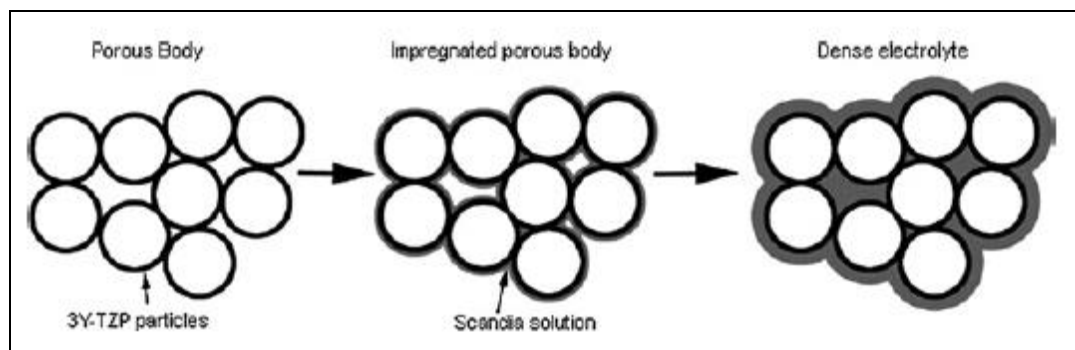
جیمنز- ملندو و همکاران در سال ۲۰۰۰ لایه‌های سرامیکی کامپوزیت ZTA را مورد بررسی قرار داده‌اند. در ترکیب دوغاب ۸۵ درصد وزنی آلومینا و ۱۵ درصد وزنی زیرکونیایی پایدار شده (۳YSZ) استفاده شد و قابل استفاده برای ریخته‌گری نواری و ریخته‌گری دوغابی می‌باشد که در این مطالعه ریخته‌گری دوغابی انجام گرفته است [۹]. راو و همکارانش در سال ۲۰۰۲، بر روی خواص و طریقه‌ی آماده‌سازی و خواص مکانیکی کامپوزیت آلومینا/۱۵ درصد وزنی زیرکونیایی پایدار شده مطالعاتی انجام دادند. مواد اولیه آلومینا واکسی کلرید زیرکونیوم و آمونیاک آبی ۲۸ wt% بود. آسیاکاری به مدت زمان ۲۴ ساعت انجام و نمونه‌ها بعد از خشک شدن در 600°C به مدت ۲ ساعت برون‌سازی چسب انجام گرفت. سپس نمونه‌ها در دمای 1350°C - ۱۵۰۰ پخت و خواص آن‌ها بررسی شد [۳]. اسنیچکرز و همکاران در سال ۲۰۰۴، لایه‌های نازک از 8YSZ را در محلول‌های آبی تهیه کردند. این محققین از ژلاتین به عنوان چسب و از پلی‌اتیلن‌گلیکول به عنوان روانساز استفاده کردند [۳۱].

جولینو پیری و همکارانش در سال ۲۰۰۵، کامپوزیت ZTA را به دو روش ریخته‌گری نواری و دوغابی تهیه و با هم مقایسه کرده‌اند. مدت آسیاکاری ۲۴ ساعت و دمای خارج کردن چسب و پخت به ترتیب 500°C و 1500°C بوده است [۲]. سانچز-هرنسیا و همکارانش فرایند ورقه‌های کامپوزیت به‌دست آمده از روش

^۱ Butylbenzyl- phthalate (BBP)

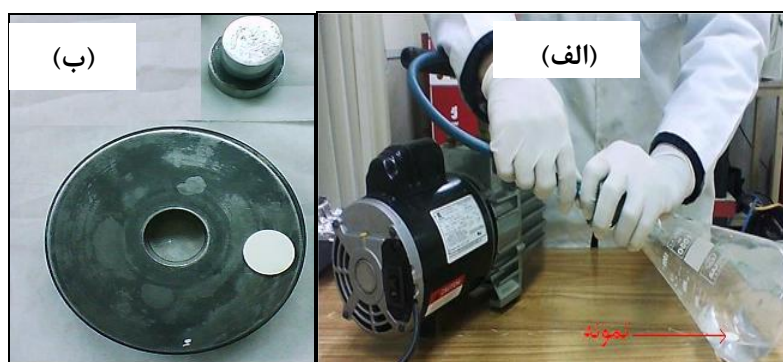
ریخته‌گری نواری پایه آبی را در سال ۲۰۰۵ مورد بررسی قراردادند. حلال، آب مقطر که حاوی ۰/۸wt% از ذرات جامد، پراکنده‌ساز (Dulapix CE64) است استفاده شد. مشکلی که با آن مواجه بودند این بود که در سیستم پایه آبی به دلیل تبخیر کندتر آب، نوارها مستعد ترک خوردن در طول خشک شدن می‌باشند [۱۸]. گیورک و همکاران در سال ۲۰۰۶، با استفاده از محلول‌های آبی لایه‌ای نازک از 3YSZ و کامپوزیت‌های $Al_2O_3/3YSZ$ را به روش ریخته‌گری نواری تهیه کردند. حجم جامد در دوغاب تهیه شده در حدود ۵۰ درصد حجمی و مدول ینگ کامپوزیت به‌دست آمده حدود ۳۰۹ Gpa بود [۳۲]. آلبانو و همکاران در سال ۲۰۰۶، لایه‌های نازک زیرکونیای پایدار شده در محلول‌های آبی را به روش ریخته‌گری نواری تهیه کردند. در این تحقیق از محلول PVA به عنوان چسب واز آمونیم‌پلی‌اکریلات به عنوان پراکنده‌ساز و از گلیسرین به عنوان روانساز استفاده شد [۳۳]. این پژوهشگران در سال ۲۰۰۸، با استفاده از روش ریخته‌گری نواری و مواد پلیمری مانند استارچ، لایه‌های نازک متخلخل از زیرکونیای پایدار شده تهیه کردند [۳۴] و نیز در سال ۲۰۰۹ از روش ریخته‌گری نواری در محلول‌های آبی جهت تهیه لایه‌های نازک SiC استفاده کردند [۳۵].

در سال ۲۰۱۱، پابست و همکاران طریقه‌ی آماده‌سازی و خواص مکانیکی کامپوزیت ZTA را مورد مطالعه و سوسپانسیون آبی، حاوی پودر سرامیک مخلوط و Dulapix CE64 یک درصد وزنی را به‌عنوان پراکنده‌ساز مورد استفاده قرار داده‌اند. در یک ظرف پلی‌اتیلنی به همراه گلوله‌هایی از جنس آلومینا به‌عنوان محیط آسیاکاری، همگن‌سازی شد و نمونه‌ها بعد از پخت در دمای $1530^{\circ}C$ تا ۵۰٪ حاوی تخلخل بودند [۴]. قطعی و همکارانش در سال ۲۰۰۸ با استفاده از روش تزریق پلیمری اسکاندیم از طریق غوطه‌وری جسم متخلخل زیرکونیا در نیترات اسکاندیم، کامپوزیت زیرکونیا/اسکاندیم را با توزیع مناسبی از ذرات فازتهیه کردند. شکل ۸-۱ تزریق پلیمر اسکاندیم به جسم متخلخل ساخته‌شده از 3YSZ را نشان می‌دهد [۳۶].



شکل ۸-۱: تزریق اسکاندیم به جسم متخلخل ساخته‌شده از 3YSZ

سام‌دلیری و قطعی در سال ۲۰۱۲ اولین بار توانستند (شکل ۹-۱) کامپوزیت سرامیکی آلومینا/زیرکونیا را با روش تزریق پلیمری تهیه کنند. پس از تهیه پودر توشو ژاپنی 3YSZ و نیترات آلومینیم، ۲۰ wt% پودر 3YSZ را با ۵ درصد وزنی چسب پلی وینیل الکل (^۱PVA) ترکیب کرده و سپس به صورت گرده استوانه‌ای توسط قالب تهیه شده در می‌آید. فشار هیدرواستاتیکی مورد نیاز برای شکل‌دهی ۲۰۰ MPa می‌باشد. گرده تهیه شده خام می‌باشد و استحکام لازم را ندارد، در مرحله بعدی برای خروج تدریجی چسب، گرده تهیه شده را در دمای °C ۸۰۰ به مدت ۲ ساعت نگه داشته تا ذرات چسب از آن خارج شود. با تبخیر و از بین رفتن چسب یک گرده متخلخل به وجود می‌آید، گرده متخلخل را درون محلول نیترات آلومینیم تحت خلا به مدت ۷ دقیقه غوطه‌ور کرده و سپس آنها را در کوره معمولی تا دمای °C ۶۰۰ حرارت داده تا محلول اشباع شده به آلومین تجزیه گردد. برای افزایش میزان آلومین این روش را چندین بار تکرار می‌شود.



شکل ۹-۱: الف) قالب و نمونه خام ب) غوطه‌وری نمونه در محلول نیترات آلومینیم تحت خلا

در انتها نمونه‌ها را تا دمای °C ۱۴۰۰ به مدت ۲ ساعت حرارت داده تا عملیات تفجوشی صورت گیرد. در این روش توزیع مناسبی از ذرات فاز به‌دست آمد [۳۹].

^۱ Polyvinyl alcohol

۷-۱- اهداف پژوهش و جنبه نوآوری تحقیق

هدف پژوهش

هدف پژوهش رسیدن به پراکندگی بهتر فازها و بهبود خواص کامپوزیت‌های آلومینا/زیرکونیا می‌باشد.

جنبه نوآوری

۱) تلفیق روش ریخته‌گری نواری و تزریق پلیمر

به نظر می‌رسد استفاده از روش تلفیقی ریخته‌گری نواری و تزریق پلیمر به همراه استفاده از چسب‌های محلول در آب سبب افزایش خواص مکانیکی و توزیع مناسب‌تر ذرات فاز گردد.

۲) بررسی اثر زیرکونیا در طیف وسیعتری از مقدار فاز زیرکونیا

تاثیر افزایش درصد زیرکونیا تا ۳۵wt% پودر در خواص کامپوزیت ZTA مورد بررسی قرار گرفت

فصل دوم

روش تجربی

۲-۱- مقدمه

در این پژوهش کامپوزیت ZTA به دو روش تهیه گردید. روش اول، ریخته‌گری نواری با مخلوط کردن مواد اولیه و روش دوم، ترکیب روش ریخته‌گری نواری و تزریق پلی‌مری است. این روندها در ادامه به تفصیل مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

۲-۱-۱- بهینه‌سازی فرایند

دوغاب‌های آبی یک سیستم چند فاز کامل و بسیار حساس به تغییرات کمی و کیفی اجزاء می‌باشند. تولید قابل اطمینان و قابل تکرار نوارهای ریخته شده‌ی پایه آبی نیاز به نظارت و کنترل پارامترهای فرایند یا شناسایی شرایط فرایند برای به حداقل رساندن تغییرات بر روی کیفیت محصول دارد [۲۱]. بهینه‌سازی فرایند به پارامترهای زیادی بستگی دارد که تعدادی از آن‌ها قابل کنترل می‌باشند. در آزمایش‌ها معمولاً یک فاکتور را تغییر می‌دهند در حالی که عوامل دیگر ثابت نگه داشته می‌شوند. در اینجا سعی شده بر اساس مطالعات پیشین و تجربیات دیگران کم‌ترین میزان آزمایش‌ها جهت رسیدن به نتیجه مطلوب انجام شود [۲۱].

۲-۲- روند کلی ساخت نمونه‌ها به روش ریخته‌گری نواری

نخست عملیات ریخته‌گری نواری با پودر آلومینای خالص جهت دستیابی به ترکیب بهبودیافته دوغاب و شرایط آزمایش انجام و سپس نمونه‌های کامپوزیتی تهیه شد و خواص آن‌ها مورد بررسی قرار گرفت. دوغاب اولیه مطابق با مطالعات انجام شده توسط زنگ یوپینگ^۱ و دو تن از همکارانش تهیه و با استفاده از روش بهینه‌سازی، ترکیب مطلوب تحقق یافت [۳۰]. در تهیه دوغاب، پودر به محلول حاوی حلال، پراکنده‌ساز و آمونیاک (جهت افزایش عملکرد پراکنده‌ساز، تنظیم pH مخلوط و ایجاد محیط بازی مقداری آمونیاک به حلال افزوده می‌شود) اضافه شد. بعد از آسیاکاری، روانساز و چسب را افزوده و در زمان مجزا آسیاکاری انجام گرفت. سپس به ترتیب عملیات ریخته‌گری نواری، خشک‌کردن، خارج کردن مواد آلی و پخت انجام شد. در آخر خواص نمونه مورد بررسی قرار گرفت روند کلی آزمایش‌های انجام گرفته در شکل ۱-۲ قابل مشاهده

^۱ Zeng Yuping

است.



شکل ۱-۲: روند کلی انجام آزمایش‌ها بر روی نمونه‌ها

۲-۲-۱- تهیه دوغاب مناسب

در تهیه دوغاب ابتدا تمام آب مقطر را در بشر ریخته و سپس پراکنده‌ساز را به آن اضافه و با استفاده از همزن کاملاً مخلوط گردید. مخلوط حلال و پراکنده‌ساز و آمونیاک به ظرف پلی‌آمید منتقل شد. به‌منظور پراکنده‌سازی کامل دوغاب و حل شدن بهینه، پودرها به نسبت (به عنوان مثال در کامپوزیت ZTA با ۱۰٪ پودر زیرکونیای پایدارشده، پودر آلومینا و ۳YSZ به نسبت ۹ به ۱ در هر مرحله اضافه شد) و به‌صورت تدریجی به گونه‌ای که ابتدا ۵۰ درصد آن در مرحله اول اضافه شد و عملیات آسیاکاری به مدت ۱۰ ساعت انجام گردیده و سپس ۵۰ درصد پودر باقی مانده طی ۴ الی ۵ مرحله با درصدهای مختلف (به گونه‌ای که با نزدیک شدن به انتهای زمان آسیاکاری، درصد پودر اضافه‌شده کمتر می‌گردد) در مدت ۱۲ الی ۱۴ ساعت در طول عملیات آسیاکاری اضافه شد. عملیات آسیاکاری مرحله اول بر روی آسیای گلوله‌ای^۱ با سرعت ۵۰ rpm انجام گرفت در شکل ۲-۲ محیط آسیاکاری به کار گرفته شده قابل مشاهده است.



شکل ۲-۲: محیط آسیاکاری جهت تهیه دوغاب ریخته‌گری نواری

هدف از افزودن پودر به‌صورت تدریجی، اولاً حفظ سیالیت دوغاب و ثانیاً اضافه نمودن حداکثر میزان پودر به دوغاب می‌باشد. چنان‌چه مقدار پودر موجود در دوغاب بیش از حد باشد پراکندگی ذرات در دوغاب و همگن شدن آن کاهش می‌یابد. لذا طی آزمایشات مختلف درصد پودر به حدود ۶۰-۵۰ درصد وزنی دوغاب به‌دست

^۱ Jar mill

آمد [۳۰]. پودر مورد استفاده از شرکت توشوی^۱ ژاپن بود. جدول ۱-۲ مشخصات پودرهای مورد استفاده را نشان می‌دهد.

جدول ۱-۲: خصوصیات پودرهای مورد استفاده در عملیات ریخته‌گری نواری

Powder	D (μm)	Density(g/cm^3)
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	۰/۵	۳/۹۹
$\text{ZrO}_2(3 \text{ mol}\% \text{ Y}_2\text{O}_3)$	<۰/۳	۶/۱۰

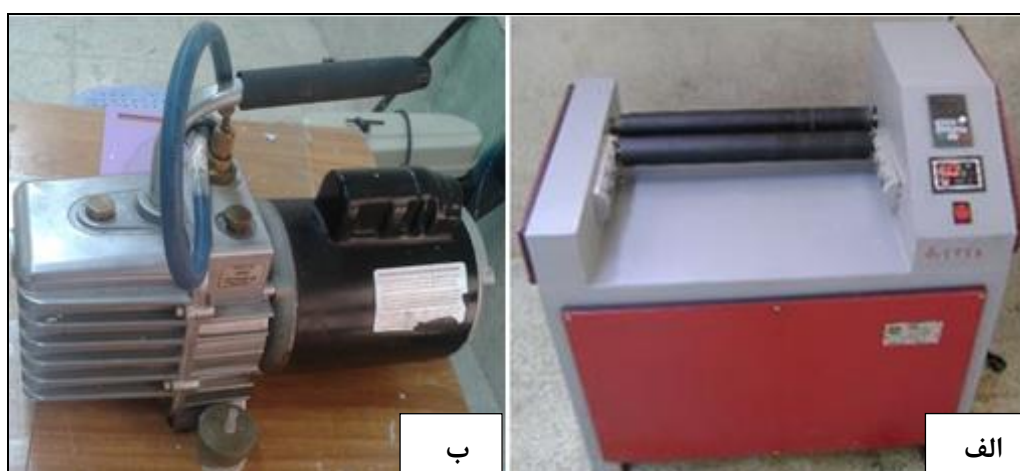
بعد از اضافه نمودن کامل پودر و اتمام مرحله اول آسیاکاری، گلیسرین به عنوان روانساز اضافه شده و عملیات آسیاکاری مرحله دوم با سرعت ۲۵ rpm به مدت ۴ ساعت انجام شد. در انتها چسب به دوغاب اضافه و به مدت ۲/۵ ساعت مرحله سوم عملیات آسیاکاری با سرعت ۱۱ rpm انجام گرفت.

۲-۲-۱-۱- تهیه چسب

در این مطالعه از چسب ۱۵ درصد PVA محلول در آب استفاده شد. بدین منظور به میزان ۲ تا ۳ برابر چسب مورد نیاز آب اضافه شده (۲۵۰ میلی‌لیتر برای ۱۰۰ گرم چسب) و با همزن مغناطیسی در دمای 80°C مخلوط‌سازی انجام شد. پودر پلی‌ونیل‌الکل بسته به درصد مورد نیاز به صورت تدریجی و در مدت ۲۴ ساعت اضافه گردید. برای جلوگیری از تشکیل کلوخه، پودر به صورت تدریجی و حین چرخش به مخلوط اضافه شد. افزودن آب مقطر به مخلوط حین چرخش و قراردادن درپوشی بر روی بشر نیز مانع از تشکیل کلوخه و سبب کنترل بهتر غلظت دوغاب می‌شود. هم‌زمان با اضافه کردن پودر، سرعت چرخش همزن مغناطیسی نیز بایستی کنترل گردد، زیرا به هر میزان که غلظت چسب بیشتر شود، سرعت چرخش کاهش می‌یابد. برای بهبود عملیات ساخت بهتر است دمای کاری کنترل شود زیرا کاهش دما به ایجاد کلوخه کمک می‌کند و افزایش دما نیز سبب سوختن چسب می‌شود. مخلوط کردن در این دما ادامه می‌یابد تا محلولی یکنواخت بدون کلوخه با ویسکوزیته مناسب به دست آید. در مواردی برای حذف کلوخه‌ها می‌توان محلول را از یک مش ریز عبور داد و عملیات را تکرار کرد. چسب حاصل در ظرف شیشه‌ای دارای درپوش نگهداری شده تا به تدریج هوای موجود در محلول که به صورت حباب می‌باشد، خارج گردد.

^۱ Tosho

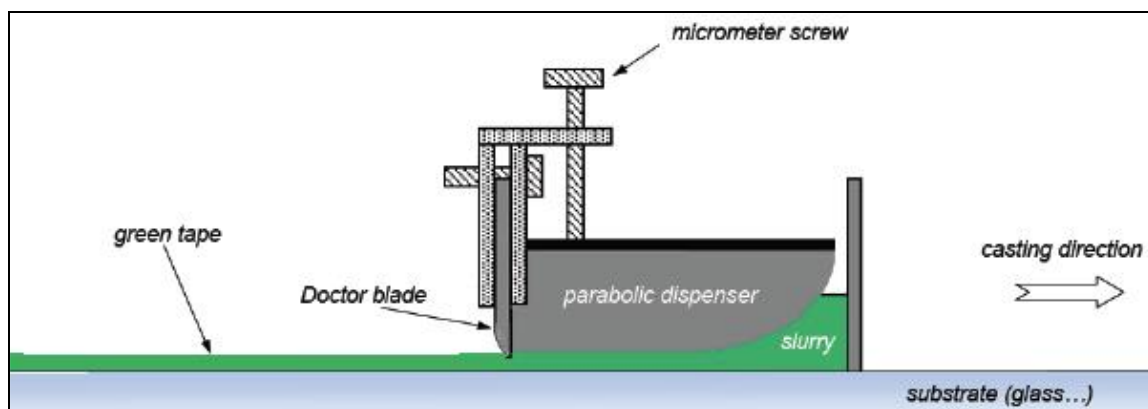
لازم به ذکر است که طی عملیات آسیاکاری، در دوغاب مقداری حباب ظاهر می‌گردد که سبب عدم کیفیت مطلوب نمونه ریخته‌گری شده می‌شود، لذا برای از بین بردن این حباب تا حد امکان لازم است دوغاب هوازدایی شود. هوازدایی به دو روش انجام می‌شود. در روش اول گلوله‌ها از ظرف خارج شده و به میزان ۸ ساعت با سرعت ۷/۵ rpm، آسیاکاری انجام می‌گیرد. با این روش مقدار زیادی از حباب از بین خواهد رفت. در صورتی که همچنان حباب وجود داشته باشد با استفاده از دستگاه پمپ خلاء، طی چند مرحله، عملیات هوازدایی با مکش هوای حبس‌شده‌ی داخل دوغاب، انجام می‌گیرد. شکل ۲-۳ شرایط هوازدایی قابل مشاهده است.



شکل ۲-۳: شرایط هوازدایی، (الف) با استفاده از آسیاکاری بدون گلوله با سرعت ۷/۵ rpm طی مدت ۸ ساعت، (ب) با استفاده از مکش حباب داخل دوغاب توسط دستگاه پمپ خلاء

۲-۲-۲- انجام عملیات ریخته‌گری

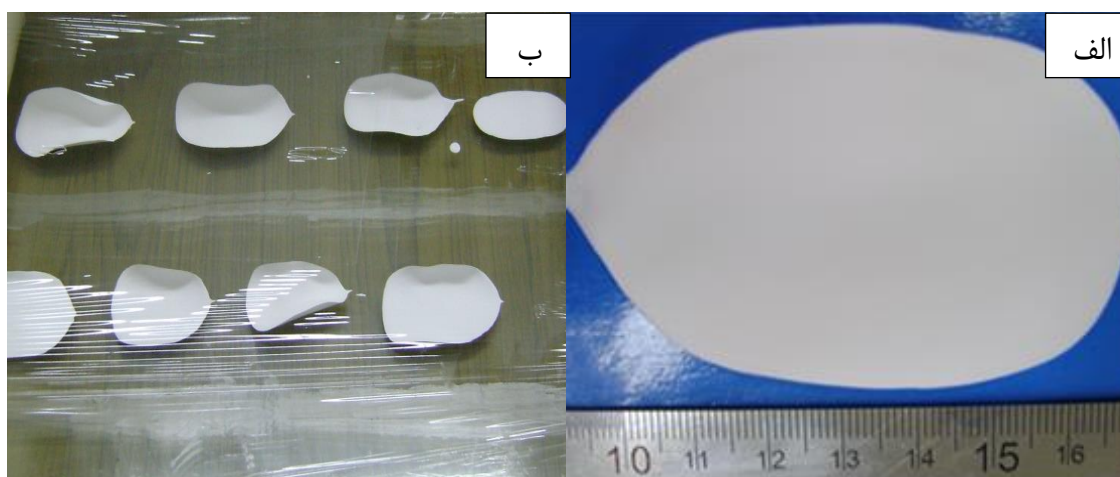
بعد از عملیات هوازدایی، دوغاب آماده ریخته‌گری می‌باشد. لذا پس از تنظیم ارتفاع تیغه‌ی دستگاه ریخته‌گری نواری دوغاب را طی چند مرحله روی بستر شیشه‌ای ریخته و توسط دستگاه ریخته‌گری نواری، نوارها در ضخامت‌های مختلف ریخته‌گری می‌شود. در شکل ۲-۴ روند انجام ریخته‌گری توسط دستگاه، قابل مشاهده است.



شکل ۲-۴: روند انجام ریخته‌گری توسط دستگاه ریخته‌گری نواری [۲۰]

۲-۲-۳- خشک کردن نمونه‌ها، خارج کردن مواد آلی و پخت نمونه‌ها

به منظور خشک‌شدن تدریجی و همگن (جهت جدا سازی مناسب نوارها از بستر) با استفاده از سلفون محیطی کاملاً بسته روی نوارهای ریخته شده بوجود آورده و طی ۴۸ ساعت نمونه‌ها خشک شد. شکل ۲-۵ (الف) خشک کردن نمونه‌های ریخته شده در محیط بسته توسط سلفون را نشان می‌دهد. شکل ۲-۵ (ب) نمونه نوار خشک شده را نشان می‌دهد.



شکل ۲-۵: (الف) خشک کردن نمونه‌های ریخته شده در محیط بسته توسط سلفون، (ب) نوارهای ریخته‌گری شده بعد از خشک شدن

بعد از بریدن نوارهای خشک شده به اندازه‌ی دلخواه، خارج کردن مواد آلی (چسب و ...) در کوره با دمای 600°C ، سرعت $111 \frac{^{\circ}\text{C}}{\text{hr}}$ و به مدت زمان دو ساعت انجام گرفت. در نهایت نمونه‌ها جهت پخت در کوره با

دمای 1500°C ، سرعت $150 \frac{\text{C}}{\text{hr}}$ و زمان دو ساعت قرار داده شد. شکل ۲-۶، (الف) نوارهای خام برش‌خورده، (ب) کوره مربوط به برونسازی چسب، (ج) کوره مربوط به پخت نمونه‌ها را نشان می‌دهد.



شکل ۲-۶: (الف) نوارهای خام برش‌خورده (ب) کوره مربوط به خارج کردن مواد آلی (ج) کوره مربوط به پخت نمونه‌ها

اندازه‌گیری ضخامت نوارها قبل و بعد از خارج کردن مواد آلی و هم چنین بعد از پخت نشان داد ضخامت نمونه‌ها کاهش یافته است. در نهایت نمونه‌ها پولیش شده و جهت انجام تست‌های مورد نیاز آماده گردید. به طور کلی پارامترهای مختلفی در ساخت نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت که عبارتند از:

- ✓ نسبت پودر به حلال
- ✓ مقدار افزودنی‌ها (پراکنده‌ساز، روانساز و چسب)
- ✓ شرایط آسیاب کاری
- ✓ شرایط هوازدایی
- ✓ شرایط خشک کردن نوارهای خام

۲-۳- ترکیبات مختلف دوغاب آلومینا در آزمایش‌ها مختلف انجام شده جهت رسیدن به ترکیب مناسب

در تمامی آزمایش‌های انجام گرفته برای تهیه ترکیب مورد نیاز از آب مقطر استفاده شده است. جهت محاسبه درصد واقعی پودر لازم است آب موجود در چسب نیز در نظر گرفته شود؛ لذا درصد ذکر شده در جدول‌ها با احتساب آب موجود در چسب است. همچنین درصد سایر مواد به کار رفته در جدول‌ها بر اساس درصد وزنی پودر می‌باشد. لازم به ذکر است که چسب در تمام آزمایش‌ها به صورت محلول در آب با ۱۵ درصد وزنی پودر پلی‌وینیل‌الکل استفاده شد. در تولید نمونه‌های آلومینا با استفاده از تکنیک بهینه‌سازی فرایند آزمایش‌های مختلف جهت رسیدن به ترکیب بهینه ساخت نوارها انجام شد. در اینجا نمونه‌های آلومینا با A نمایش داده شده است و به ترتیب برای رسیدن به ترکیب مناسب ریخته‌گری نواری نام‌گذاری شد. در

جدول ۲-۲ ترکیب دوغاب نمونه‌های آلومینا در آزمایش‌های مختلف تا رسیدن به ترکیب مطلوب جهت تولید نمونه‌های سالم مشاهده می‌شود.

جدول ۲-۲: ترکیب دوغاب نمونه‌های آلومینا در آزمایش‌های مختلف تا رسیدن به ترکیب مطلوب

آزمایش	پودر (wt%)	حلال (wt%) H ₂ O	پراکنده‌ساز (wt%) Dulapix(CE64)	آمونیاک (wt%)	روان‌ساز (wt%) (Glycerin)	چسب (wt%) (PVA)
A(۱)	۵۰	۵۰	۰/۵	۰/۳	۴/۱	۵/۵
A(۲)	۵۰	۵۰	۰/۵	۰/۳	۴/۱	۵/۵
A(۳)	۶۰/۳	۳۹/۷	۱/۲	۰/۵	۴/۱	۵/۵
A(۴)	۶۷	۳۳	۰/۷	۰/۷	۴/۲	۶
A(۵)	۵۰	۵۰	۰/۷	۰/۷	۷/۲	۶
A(۶)	۵۰	۵۰	۵۰	۰/۵	۵	۸
A(۷)	۶۷	۳۳	۰/۵	۰/۵	۱۱	۵
A(۸)	۶۶/۵	۳۳/۵	۰/۵۶	۰/۸	۱۰	۵
A(۹)	۵۶	۴۴	۰/۶۵	۰/۷	۸/۵	۸/۶
A(۱۰)	۵۳	۴۷	۰/۷۷	۰/۷۵	۱۱	۸/۳
A(۱۱)	۵۶	۴۴	۰/۷۵	۰/۷۵	۱۱	۸/۳
A(۱۲)	۵۷	۴۳	۰/۷	۰/۸	۱۱	۷/۲

* بر حسب درصد وزنی پودر

لازم به ذکر است که ترکیب بهینه دوغاب در آزمایش‌های A(۱۱) و A(۱۲) یافت شد.

۲-۴- روند تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به روش مخلوط سازی پودر در ریخته‌گری نواری

با توجه به موفقیت حاصله در تولید نمونه‌های آلومینا در بخش قبل، در این بخش از پودر آلومینا و زیرکونیای پایدار شده به نسبت داده شده در ترکیب به صورت تدریجی با رعایت نسبت و حفظ پارامترهای فرایند نمونه‌های آلومینا-زیرکونیا تهیه شد.

جدول ۲-۳ ترکیب دوغاب نمونه‌های مختلف کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا تهیه شده را نشان می‌دهد.

جدول ۲-۳: ترکیب دوغاب نمونه‌های مختلف کامپوزیت آلومینا/زیرکونیای تهیه شده

آزمایش	پودر (wt%)	حلال (wt%) H ₂ O	پراکنده‌ساز (wt%)* Dulapix(CE64)	آمونیاک (wt%)*	روانساز (wt%)* (Glycerin)	چسب (wt%)* (PVA)
ZTA(۱۰%)	۵۷/۵	۴۲/۵	۰/۶۵	۰/۹	۱۰/۵	۷/۵
ZTA(۲۰%)	۵۵	۴۵	۰/۷	۰/۹	۱۱	۷/۴
ZTA(۲۵%)	۵۶	۴۴	۱/۲	۰/۸	۱۱/۲	۷
ZTA(۳۵%)	۵۷	۴۳	۰/۷	۰/۸	۱۲	۷

* بر حسب درصد وزنی پودر

شایان ذکر است برای بررسی اثر چسب در کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا دوغابی که شامل ۲۰٪ وزنی پودر زیرکونیای پایدار شده در زمینه آلومینا بود با چسب کربوکسی‌متیل سلولز (CMC) تهیه شد و نتایج آن مورد بررسی قرار گرفت.

جدول ۲-۴ ترکیب دوغاب مورد استفاده را نشان می‌دهد.

جدول ۲-۴: ترکیب دوغاب ریخته‌گری نواری برای نمونه ZTA (۲۰%) با چسب CMC

اجزا	درصد وزنی	عملکرد
۸۰ vol.% Al ₂ O ₃ + ۲۰ vol.% ۳YSZ	۵۶	پودر
Dulapix CE64	۰/۷ wt%*	پراکنده ساز
NH ₄	۰/۹ wt%*	تنظیم کننده PH
Glycerin	۱۱ wt%*	روانساز
CMC	۷/۳ wt%*	چسب

حلال	۴۴	Distilled water
------	----	-----------------

* بر حسب درصد وزنی پودر

۲-۵- روند تولید کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به روش تزریق پلیمری

در این بخش روند تولید نمونه ZTA با استفاده از روش تزریق پلیمری ارائه شده است. طی انجام چند آزمایش، ترکیب بهینه دوغاب برای زیرکونیای پایدارشده (3YSZ) که در جدول ۲-۵ مشاهده می‌شود، مشخص شد. سپس به کمک عملیات ریخته‌گری نواری دوغاب حاصل تبدیل به فیلم‌های نازک شد. فیلم‌های نازک تولید شده پس از خشک شدن، به مدت ۲ ساعت در دمای 600°C (جهت خارج کردن مواد آلی) داخل کوره حرارت داده شد تا یک لایه نازک متخلخل ایجاد شود. سپس با غوطه‌وری فیلم نازک 3YSZ متخلخل در محلول نیترات آلومینیوم^۱، به درون این لایه نازک آلومینا تزریق و سپس خشک گردید. نمونه در کوره با دمای 600°C به مدت ۲ ساعت جهت خروج مواد آلی، قرارداده شد و سپس در دمای 1500°C ، نرخ 150°C بر ساعت و زمان نگهداری ۲ ساعت، پخت شد.

جدول ۲-۵: ترکیب بهینه دوغاب ریخته‌گری نواری 3YSZ

عملکرد	درصد وزنی	اجزا
پودر	۵۶	3YSZ
پراکنده ساز	*۰/۷ wt%	Dulapix CE64
تنظیم کننده PH	*۰/۸ wt%	NH4
روان ساز	*۱۲ wt%	Glycerin
چسب	*۷/۵ wt%	PVA
حلال	۴۴	Distilled water

* بر حسب درصد وزنی پودر

۲-۵-۱- محلول نیترات آلومینیوم

محلول نیترات آلومینیوم شامل پودر نیترات آلومینیوم در حلال اتانول است. نیترات آلومینیوم نوعی نمک است که از اسید نیتریک به وجود می‌آید و فرمول هیدراته آن $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ می‌باشد. به طور معمول به

^۱ Aluminium nitrate

عنوان یک هیدرات کریستالی و در اغلب موارد به صورت نانوهیدرات نیترات آلومینیوم موجود است. نیترات آلومینیوم حلالیت مناسبی در اتانول دارد. در تهیه و تدارک کاغذهای روکش‌دار، تغییردهنده مرکز ورق‌ها و طبقه‌ها و در تیوپ‌های اشعه کاند به عنوان عناصر گرمایی، عامل نیترات کننده، بازدارنده خوردگی شیمیایی، به عنوان کاتالیست کننده در تصفیه مواد نفتی و در استخراج اورانیوم مورد استفاده است [۳۷].

در جدول ۶-۲ مشخصات نیترات آلومینیوم مورد استفاده که محصول شرکت Merck Schuchardt آلمان می‌باشد، داده شده است.

جدول ۶-۲: مشخصات درصد وزنی اجزای نیترات آلومینیوم نونا هیدرات

درجه خلوص	بالای ۹۵٪
کلر (Cl) و فلزات سنگین مثل سرب (Pb)	کمتر از ۱٪
آهن (Fe) و سولفات (SO_4)	کمتر از ۴٪

اتانول (C_2H_5OH)، مایعی قابل احتراق و بی‌رنگ بوده، یکی از انواع الکل‌های موجود است که گرانیوی آن، مانند آب است و بوی نسبتاً تندی دارد. در صنعت به عنوان حلال و ماده واسطه شیمیایی برای تولید بیشتر ترکیبات آلی استفاده می‌شود. به دلیل تشکیل پیوند هیدروژنی، با هر نسبتی در آب حل می‌شود. اتانول در مقایسه با ترکیبات آلی که وزن مولکولی یکسانی با آن دارند، نقطه جوش بالاتری دارد [۳۸].

به منظور تهیه محلول نیترات آلومینیوم ۱۰ گرم آلومینیوم نیترات را با ۲۵ سی‌سی اتانول حل کرده و آن دو را در یک بشر ریخته و روی هم‌زن مغناطیسی به مدت مشخصی هم زده تا کاملاً در یکدیگر حل شوند. مدت زمان انجام این کار ۴۵ دقیقه با دور بالا می‌باشد. مقدار اتانول حل شده تا حدودی اختیاری است و می‌توان آن را در محدوده مورد نظر اختیار کرد زیرا این حلال در پایان بخار می‌شود [۳۹]. در شکل ۷-۲ می‌توان پودر نیترات آلومینیوم و محلول آن را مشاهده نمود.



شکل ۷-۲: (الف) پودر نیترات آلومینیوم، (ب) محلول نیترات آلومینیوم

۲-۶- معرفی روش‌های اندازه‌گیری خواص فیزیکی و مکانیکی

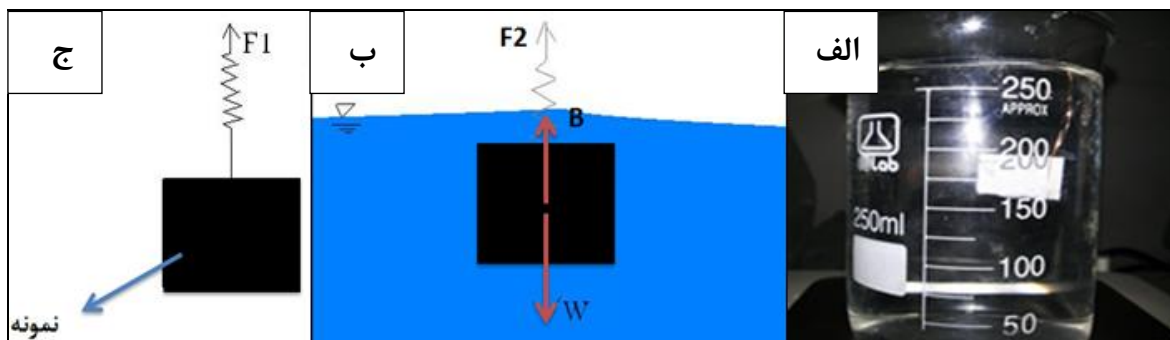
نمونه‌های بدست آمده به روش تجربی نیاز است با معیارهای استاندارد سنجیده شود تا مطلوب بودن نمونه‌ها مشخص شود.

۲-۶-۱- آزمون چگالی

چگالی، از جمله خواص فیزیکی است که مقدار جرم موجود در واحد حجم ماده را نشان می‌دهد که آنرا با علامت اختصاری ρ نشان می‌دهند. به دو روش می‌توان چگالی اجسام جامد را به دست آورد (الف) با استفاده از محاسبه‌ی جرم و حجم جسم و سپس فرمول که البته این روش فقط برای اجسام دارای شکل هندسی معین کاربرد دارد.

(ب) استفاده از قانون ارشمیدس که برای تمامی اجسام کاربرد دارد.

از آنجا که نمونه‌های پخت شده شکل هندسی منظمی نداشتند، چگالی آنها به روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد. طبق قانون ارشمیدس هر جسمی که در سیالی قرار گیرد به اندازه‌ی وزن سیال هم‌حجم جسم از وزنش کاسته می‌شود، به عبارت دیگر نیرویی از طرف سیال به جسم وارد می‌شود و این نیرو باعث می‌شود که وزن جسم در داخل سیال (وزن ظاهری) کمتر از مقدار وزن واقعی آن به نظر برسد. وقتی جسم در داخل سیال به حالت شناور و یا در داخل آن به حالت غوطه‌ور قرار گیرد به مقدار حجم خود آب را جابجا می‌کند. به نیروی وزن این مقدار آب جابجا شده نیروی ارشمیدس یا نیروی شناوری گویند (B) که همیشه رو به بالاست (شکل ۲-۸).



شکل ۲-۸: (الف) نمونه غوطه‌ور شده در بشر حاوی آب مقطر، (ب) نمونه شناور، (ج) نمونه در حالت آزاد

در اینجا ابتدا آب مقطر را درون بشر ریخته تا کاملاً پر شود. سپس بشر را روی ترازو با دقت 0.01 g قرار داده و عدد روی نمایش‌گر روی عدد صفر تنظیم شد. نمونه به آرامی توسط سیم فلزی بسیار نازک به قلاب آویزان و در داخل بشر مذکور کاملاً غوطه‌ور گردید. پس از به تعادل رسیدن قطعه درون آب، عددی که نمایشگر نشان می‌دهد همان جرم شناوری (m_B) است که اگر در شتاب جاذبه ضرب شود نیروی شناوری به دست می‌آید. اگر F_1 نیروی وزن نمونه قبل از غوطه‌وری، F_2 نیروی وزن آن بعد از غوطه‌ور شدن، ρ_w چگالی آب و v_c حجم نمونه باشد، چگالی نمونه به صورت زیر به دست می‌آید. البته برای صحت مقادیر اندازه‌گیری شده چگالی ارشمیدس برای هر نمونه چندین بار اندازه‌گیری شد. با استفاده از حجم به دست آمده به روش ارشمیدس (معادلات ۱-۲ تا ۴-۲) و وزن جسم چگالی هر نمونه اندازه‌گیری شد.

$$F_1 = W = m_c g = \rho_c v_c g \quad 1-2$$

$$F_2 = W - B = \rho_c v_c g - \rho_w v_c g = v_c g (\rho_c - \rho_w) \quad 2-2$$

$$F_2 - F_1 = m_B g = g v_c \rho_w \quad 3-2$$

$$v_c = m_B \quad 4-2$$

لازم به ذکر است جهت تعیین میزان چگالی نمونه‌های کامپوزیت از قانون مخلوط کردن استفاده شد [۴۰].

$$\rho_c = \sum_{k=1}^n f_k \rho_k \quad \rho_c \text{ چگالی کامپوزیت، } f_k \text{ کسر هریک از اجزا، } \rho_k \text{ چگالی هریک از اجزا} \quad 5-2$$

۲-۶-۲- آزمون سختی و چقرمگی

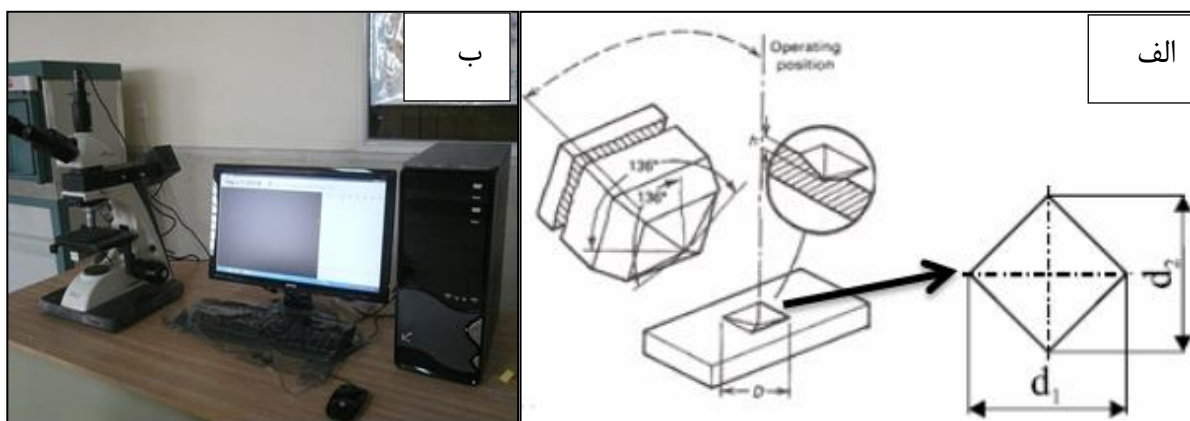
۲-۶-۲-۱- سختی

آزمون سختی برای ارزیابی مواد، کنترل کیفیت فرایندهای تولید و تلاش‌های تحقیق و توسعه بسیار مفید می‌باشد. سختی هم‌چنین به صورت تجربی می‌تواند به استحکام کششی برای بسیاری از فلزات مرتبط باشد و شاخصی برای مقاومت در برابر سایش و انعطاف‌پذیری است [۴۱].

جایی که ماکروسختی غیر قابل استفاده است به خصوص در بررسی خواص لایه‌های نازک از میکروسختی استفاده می‌شود که برای بهبود داده‌های لازم به هنگام اندازه‌گیری میکروساختار منحصربه‌فرد استفاده می‌شود. اصطلاح میکروسختی معمولاً به تورفتگی استاتیکی (مشخص) که توسط بارهایی کمتر از 1 kgf

ایجاد می‌شود اشاره دارد. در تست ویکرز دندانه الماس لوزی شکل با زاویه رأس 136° به کار رفته شده است. این آزمون از استاندارد ASTM-E-384 برگرفته شده است. میکروسختی سنج ویکرز مورد استفاده، در شکل ۹-۲ (ب)، نشان داده شده است.

اساس کار آزمون سختی ویکرز بدین گونه است ابتدا باید نمونه‌ها را پولیش کرده سپس فرور رونده الماسی هندسه لوزی به یک ناحیه مشخص از نمونه مورد آزمایش رانده می‌شود. بار نرمال به تدریج افزایش یافته و زمانی که به یک مقدار حداکثر بار از پیش تنظیم شده (1kgf) رسید به مدت ۱۰ ثانیه در این بار نگهداری شد و سپس به موقعیت اولیه خود باز گردید. به دست. لوزی به جای مانده را به وسیله میکروسکوپ اپتیکی که دارای لنزهایی با بزرگنمایی‌های مختلف می‌باشد و به یک کامپیوتر دارای نرم‌افزار Hareh 4.2.4I متصل است، می‌توان مشاهده کرد (شکل ۹-۲ (الف)). پس از اندازه‌گیری قطرهای لوزی، به صورت خودکار می‌توان سختی ویکرز را توسط این نرم‌افزار محاسبه نمود. حداقل این کار در سه نقطه با فواصل مختلف از هم انجام داده شد.



شکل ۹-۲: (الف) تصویر لوزی ناشی از پروب میکروسختی، (ب) دستگاه میکروسختی سنج ویکرز

آنجا که این فیلم‌های نازک به تنهایی قابل پولیش شدن نیستند، لازم است ابتدا آن‌ها را مانت کرده و سپس با استفاده از دستگاه پولیش (شکل ۱۰-۲ (ب)) سطح آن‌ها را صیقل نمود. برای مانت کردن، رزین و هاردنر را به صورت جداگانه تا دمای 50°C به مدت ۲۰ دقیقه حرارت داده و سپس با به ترتیب با نسبت ۱ به ۰/۴۵ به مدت ۱ دقیقه کاملاً با هم مخلوط گردید. آن‌گاه مخلوط حاصل درون قالبی که نمونه در آن قرار داده شده ریخته شد. پس از مدتی مانت ایجاد شده کاملاً سفت شد. سپس جهت انجام پولیش از قالب جدا شد (شکل ۱۰-۲ (الف)). به منظور پولیش نمونه‌ها ۴ نوع سمباده به ترتیب با شماره‌های ۴۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰ و ۲۰۰۰ استفاده شد. در آخر با استفاده از خمیر پولیش ۴μ و ۱μ طی دو مرحله سطح نمونه‌ها توسط دستگاه پولیش (شکل ۱۰-۲ (ب)) صیقل داده شد. بعد از پولیش سطح نمونه‌ها می‌توان تست سختی را انجام داد.



شکل ۲-۱۰: (الف) نمونه مانت شده، (ب) دستگاه پولیش

۲-۶-۲-۲- چقرمگی

با توجه به طول ترک‌های ریز به‌جا مانده (در گوشه‌های لوزی) توسط فروز رونده الماسی ویکرز، توسط روش آنستیس چقرمگی محاسبه شد. آنستیس و همکارانش مکانیزم شکست دوبعدی را مورد بررسی و تحلیل قرار دادند [۱] و فرمولی برای چقرمگی شکست ارائه دادند:

$$K_{Ic} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right) \quad ۲-۶$$

که در آن C میانگین طول ترک‌های ایجاد شده در رؤس تا مرکز لوزی بر حسب متر می‌باشد که به دلیل کوچک بودن با نرم‌افزار بر حسب میکرومتر قابل اندازه‌گیری است که در فرمول فوق بر حسب متر نوشته می‌شود، P نیروی وارده از فرو رونده الماسی بر حسب نیوتن، E مدول یانگ بر حسب GPa و H مقدار سختی ویکرز بر حسب GPa می‌باشد.

جهت محاسبه مدول یانگ از رابطه‌ی ۲-۷ استفاده شد. همچنین مدول یانگ کامپوزیت از قانون مخلوط کردن (رابطه ۲-۸) به‌دست آمد [۴۲].

$$P = \varepsilon ES \quad ۲-۷ \quad P \text{ بار اعمالی، } E \text{ مدول یانگ، } \varepsilon \text{ کرنش ایجادشده و } S \text{ سطح مقطع نمونه}$$

$$E_c = \sum_{k=1}^n f_k E_k \quad ۲-۸ \quad E_c \text{ مدول کامپوزیت، } f_k \text{ کسر هریک از اجزاء، } E_k \text{ مدول هریک از اجزاء}$$

۲-۶-۳- آزمون محاسبه سختی و مقدار مدول الاستیسیته به روش نانو فرورفتگی^۱

خواص مواد از جمله استحکام تسلیم، مدول الاستیک، مقادیر تنش و کرنش و استحکام کشش نهایی معمولاً با استفاده از تست کششی قابل یافت است. اما متأسفانه جهت تست فیلم‌های نازک این روش غیر قابل استفاده است. زیرا این روش برای نمونه‌هایی که ضخامتی در حد چند میلی‌متر دارند استفاده می‌شود در حالی که در فیلم‌های نازک بحث میکرومتر مطرح است. روش‌های مختلفی برای محاسبه سختی فیلم‌های نازک وجود دارد، اما گزارش‌های زیادی درمورد آن‌ها نیست. به‌علاوه نتایج آزمون نانو در این موارد خیلی کم است. لذا جهت به دست آوردن خواص مکانیکی استاندارد از روش نانوفرورفتگی استفاده شده است [۴۳]. این آزمون از استاندارد ASTM-E2546 برگرفته شده است. این آزمون توسط دستگاه TriboScope (Hysitron Inc. USA) انجام گرفت (شکل ۲-۱۱).

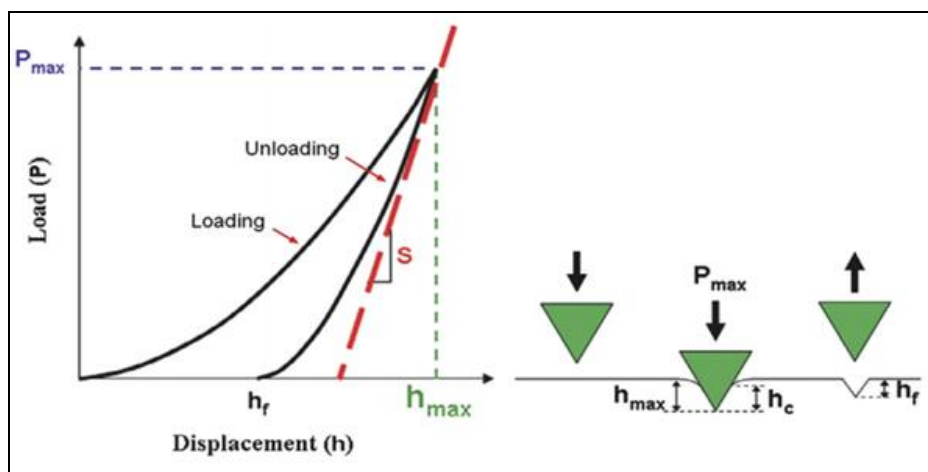


شکل ۲-۱۱: سیستم TriboScope (Hysitron Inc. USA) برای انجام تست نانوفرورفتگی

در این روش نوک گوه با هندسه مشخص به یک ناحیه مشخص از مواد مورد آزمایش فرو می‌رود. بار نرمال به‌تدریج افزایش می‌یابد و زمانی که به یک مقدار حداکثر بار از پیش تنظیم‌شده رسید به مدت چند ثانیه در این بار نگهداری شده و سپس کاهش می‌یابد. این روش به طور مکرر انجام و در هر مرحله موقعیت گوه نسبت به سطح نمونه به دقت با یک متغیر خطی مانیتور می‌شود. برای هر سیکل بارگذاری و باربرداری مقدار بار اعمالی با توجه به موقعیت متناظر نوک گوه ترسیم می‌شود. در نتیجه منحنی بار جابجایی داده‌های خاصی از ماهیت مکانیکی مواد تحت بررسی را فراهم می‌کند. منحنی‌های ایجاد شده برای محاسبه سختی و مقدار مدول الاستیسیته استفاده می‌شود. در روش نانوفرورفتگی بارهای کوچک و سائیزهای مختلف نوک

^۱ Nanoindentation

پرآب استفاده شده است بنابراین منطقه تغییر شکل یافته در اثر نوک پروب ممکن است در حد چند میکرومتر یا چند نانومتر باشد. هنگام ایجاد تورفتگی پارامترهای مختلفی مانند بار و عمق نفوذ برای چندین نقطه می‌تواند اندازه‌گیری شود. که در شکل ۲-۱۲ منحنی بار جابجایی برای استخراج خواص مکانیکی قابل مشاهده است [۴۳].



شکل ۲-۱۲: منحنی بار جابجایی بدست آمده از آزمون نانوفرو رفتگی (P_{max} حداکثر نیروی اعمالی، h_{max} حداکثر عمق نفوذ، h_c عمق تماس، h_f عمق نهایی و S سفتی باربرداری) [۴۳]

از دیگر نتایج این آزمون تعیین مدول یانگ با استفاده از معادله ۲-۹ و مقادیر سختی و سفتی تماس است.

$$E = \frac{S}{\sqrt{A_p(h_c)} \beta} \frac{1}{2} \sqrt{\pi} \quad ۲-۹$$

که در آن E مدول یانگ، S سفتی تماس، $A_p h_c$ ناحیه ایجادشده توسط فرو رونده در عمق تماس h_c و β ثابت هندسی می‌باشد. [۴۳].

۲-۶-۴- بررسی تصاویر ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۱

امروزه روش‌های مختلفی جهت شناسایی و آنالیز مواد وجود دارد که یکی از معروف‌ترین آن‌ها، روش‌های میکروسکوپی می‌باشد. میکروسکوپ الکترونی ابزاری نیرومند و مفید با قابلیت‌های فراوان برای تصویر

^۱ Scanning Electron Microscopy

برداری، آشکارسازی و ارائه اطلاعات درباره نمونه مورد بررسی می‌باشد که قادر است سیگنال‌های حاصل از برخورد الکترون‌ها به نمونه را به تصویری با کاربردهای متنوع تبدیل کند. کاربرد اصلی این دستگاه تهیه تصویر با بزرگ‌نمایی بالا از نمونه‌های مختلف و انجام آنالیز نیمه‌کمی است. و معمولاً جهت مطالعه ساختارهای سطحی یا نزدیک به سطح نمونه، تهیه تصاویر توپوگرافیک، تعیین ترکیب شیمیایی و تصاویر ترکیبی استفاده می‌شود [۴۴].

اساس عملکرد میکروسکوپ الکترونی روبشی، برهم‌کنش پرتوی الکترونی با ماده است که نشر الکترون‌ها و فوتون‌ها از ماده را به همراه دارد. بدین‌صورت که بمباران نمونه با پرتوی الکترونی سبب می‌شود تا از نمونه الکترون‌ها و فوتون‌هایی خارج و به سمت آشکارسازها رها شوند که در آن قسمت تبدیل به سیگنال می‌شوند. حرکت پرتو بر روی نمونه مجموعه‌ای از سیگنال‌ها را فراهم می‌کند که بر این اساس میکروسکوپ می‌تواند تصویر متقابل از سطح نمونه را به صورت لحظه به لحظه بر صفحه نمایش دهد. هم‌چنین وقتی پرتوی الکترونی روبشی با نمونه برخورد می‌کند، بین آن‌ها برهم‌کنش روی می‌دهد. نتیجه‌ی آن، ساطع شدن پرتوهایی است که با کمک آشکارسازها دریافت و شناسایی می‌شوند و مشخصات ماده را آشکار می‌سازند. از آنجایی که طول موج الکترون می‌تواند بسیار کوتاه باشد، پس در میکروسکوپ‌های الکترونی می‌توان به بزرگ‌نمایی بسیار بالا دست یافت (تا حد یک میلیون برابر در بعضی از میکروسکوپ‌های الکترونی) [۴۴].

دستگاه مورد استفاده جهت بررسی نمونه‌ها در این پژوهش، ساخت شرکت ZEISS آلمان بوده که در شکل ۲-۱۳ نمایی از دستگاه آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی را می‌توان مشاهده نمود. در فصل آینده به بررسی تصاویر میکروسکوپ‌های الکترونی نمونه‌ها پرداخته خواهد شد.



شکل ۲-۱۳: دستگاه آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی

۲-۶-۵- بررسی اجزای ماده به روش پراش اشعه X (XRD)

برای یک ماده خالص، الگوی پراش پرتو X، همانند اثر انگشت برای آن ماده است. تاکنون الگوی پراش بیش از ۷۵۰۰۰ ترکیب معدنی و آلی جمع‌آوری شده است. با استفاده از این پایگاه داده و با کمک روش جستجو و تطبیق می‌توان ترکیب هر ماده را مشخص نمود. به گونه‌ای که نمونه در معرض بمباران پرتوهای اشعه ایکس با طول موج ۰/۱-۱۰۰ آنگستروم قرار داده می‌شود. حاصل کار یک دیفراکتوگرام یا الگوی پراش است. هر نمونه بلورین الگوی پراش منحصر به فردی دارد که با مقایسه آن با الگوهای پراش استاندارد، نوع ترکیب شناسایی می‌شود [۴۵].

وجود حداقل سه پیک برای نمودار XRD نشان‌دهنده حضور ماده در ترکیب نمونه می‌باشد. ممکن است که در برخی زوایا یا طول موج‌ها روی هم‌افتادگی پیک‌ها را داشته باشیم. به همین دلیل جهت اثبات حضور ماده‌ای در نمونه سه پیک در نمودار XRD لازم است. لازم به ذکر است در صورتی که ماده‌ای کمتر از ۵٪ در در نمونه موجود باشد، حتی با حضور ۳ پیک نیز نمی‌توان به جرأت گفت که این پیک‌ها مربوط به ماده است. به منظور تحلیل نمودار XRD گرفته شده از نمونه‌ها، کارت استاندارد اجزا لازم است. بدین منظور از نرم‌افزار Xpert استفاده می‌شود. این نرم افزار که حاوی بانک کارت استاندارد مواد مختلف است، با منطبق کردن XRD نمونه با کارت استاندارد مواد، ترکیب نمونه و مقدار حدودی اجزای تشکیل‌دهنده‌ی آن را می‌توان مشخص کرد [۴۵].

دستگاه XRD مورد استفاده جهت انجام این آزمون مدل XMD300 ساخت شرکت Nisantis آلمان بوده که در آن تیوپ اشعه X از جنس مس و زاویه 2θ در رنج $0^\circ - 100^\circ$ با استپ 0.01° است. در شکل ۲-۱۴ می‌توان تصویر دستگاه را مشاهده نمود.



شکل ۲-۱۴: تصویر نمونه تحت آزمون پراش اشعه X توسط دستگاه XRD

^۱ X-Ray Powder Diffraction

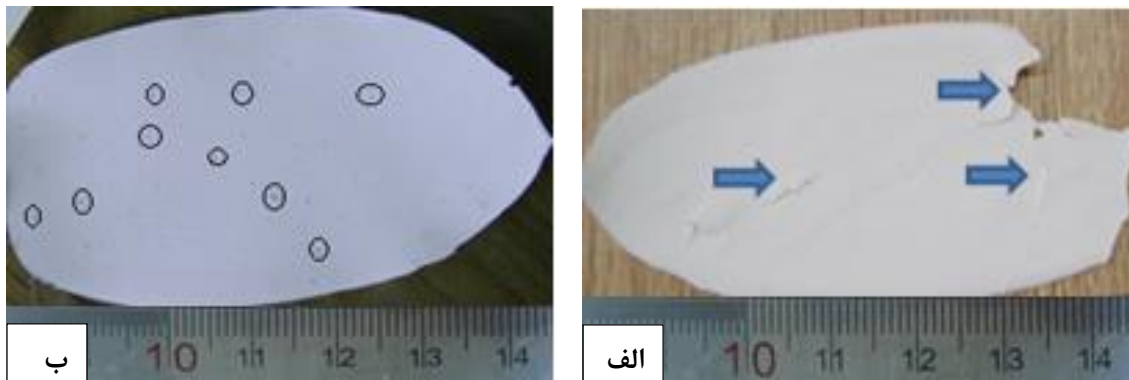
فصل سوم

تجزیه و تحلیل داده‌ها

۳-۱- اثر پارامترهای مختلف در ساخت نوارهای ریخته‌گری شده

۳-۱-۱- نسبت پودر به حلال

با بررسی آزمایش‌های مختلف حالت بهینه نسبت پودر به حلال در فرایند ساخت دوغاب به‌دست آمد. افزایش این نسبت سبب بالا رفتن بیش از حد ویسکوزیته دوغاب و در نتیجه ایجاد ترک در نوارهای خشک می‌شود (شکل ۳-۱ الف). از آنجا که بعد از تبخیر حلال و خروج مواد آلی پودر تنها جزء باقی‌مانده از ترکیب اولیه است، کم بودن نسبت پودر به حلال سبب افزایش تخلخل و در نتیجه کاهش قابلیت حمل نوارها بعد از خروج چسب و مواد آلی می‌شود (شکل ۳-۱ ب)



شکل ۳-۱: عیوب ناشی از عدم رعایت نسبت پودر به حلال، (الف) ایجاد ترک (ب) مشاهده تخلخل در اثر کاهش نسبت پودر به حلال

۳-۱-۲- درصد افزودنی‌ها

۳-۱-۲-۱- پراکنده‌ساز

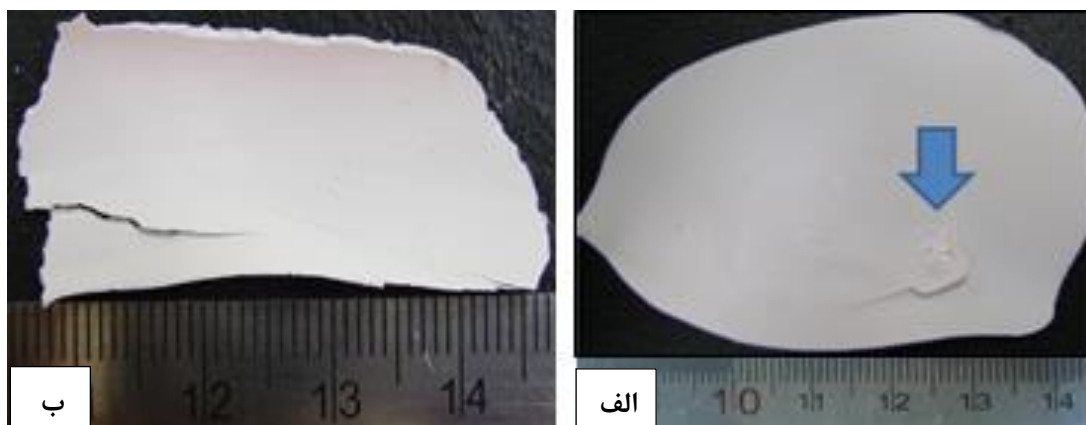
هدف از اضافه کردن پراکنده‌ساز جدا نگه داشتن ذرات از هم، ترکردن ذرات و نگهداری سیال بین ذرات اصلی است. کم بودن مقدار آن سبب کاهش پایداری دوغاب می‌شود [۲۰].



شکل ۳-۲: مشاهده عدم پایداری دوغاب ناشی از کم بودن مقدار پراکنده‌ساز

۳-۱-۲-۲- روانساز (گلیسرین)

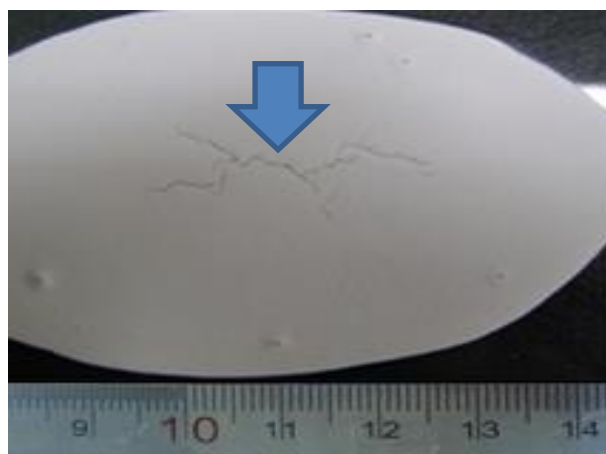
مقدار بهینه گلیسرین که به منظور افزایش انعطاف‌پذیری و شکل‌پذیری نوارها و همچنین کاهش چسبندگی نوارها به سطح بستر شیشه‌ای به دوغاب اضافه شد، طی آزمایش‌های مختلف به‌دست آمد. استفاده بیش از حد مقدار گلیسرین، به دلیل افزایش انعطاف‌پذیری، سبب می‌شود نوار حالت الاستیک پیدا کرده و می‌تواند باعث خرابی سطح قطعه و عیوبی مانند چروکیدگی در نوار خشک شود (شکل ۳-۳ الف)). همچنین در صورت عدم وجود گلیسرین به اندازه‌ی لازم در دوغاب، نوارها بصورت ناقص از سطح جدا می‌شوند (شکل ۳-۳ ب)).



شکل ۳-۳: (الف) عیب چروکیدگی ناشی از استفاده بیش از حد گلیسرین در دوغاب، (ب) عیب چسبندگی نوار به سطح بستر ناشی از کم بودن مقدار گلیسرین

۳-۱-۲-۳- چسب

ازجمله پارامترهای تاثیرگذار در تهیه نوار سالم با خواص مناسب، استفاده چسب به مقدار بهینه در دوغاب ریخته‌گری نواری است. با انجام آزمایش‌های متعدد مقدار بهینه چسب به دست آمد. استفاده بیش از حد چسب سبب افزایش تخلخل در مرحله خارج شدن مواد آلی از نوار می‌شود. از طرفی در صورتی که در دوغاب چسب لازم وجود نداشته باشد، به دلیل کاهش پل‌های ایجاد شده بین ذرات سرامیک توسط چسب، در نوار خشک ترک ظاهر می‌شود (شکل ۳-۴).



شکل ۳-۴: (الف) ترک ناشی از عدم وجود چسب لازم در نوار

۳-۱-۳- شرایط آسیاکاری

از دیگر پارامترهایی که مورد بررسی قرار گرفت شرایط آسیاکاری (سرعت و زمان آسیاکاری) بود. افزایش مدت آسیاکاری مرحله اول تا ۲۴ ساعت، سبب پراکندگی بهتر ذرات دوغاب و جلوگیری از تشکیل آگلومره می‌شود. همچنین افروندن پودر حین آسیاکاری سبب بهبود پراکندگی ذرات شد. افزایش سرعت آسیاکاری در مرحله دوم و سوم سبب افزایش حباب در دوغاب و در نتیجه افزایش تخلخل در نوار ریخته‌گری گردید.

۳-۱-۴- شرایط هوازدایی

عدم هوازدایی مناسب دوغاب از مهم‌ترین عوامل افزایش تخلخل در نوار خام و در نتیجه کاهش استحکام قابل حمل نمونه‌ها قبل از پخت و کاهش چگالی نوارهای ریخته‌گری می‌شود (شکل ۳-۵).



شکل ۳-۵: مشاهده تخلخل زیاد ناشی از عدم هوازدایی دوغاب ریخته‌گری نواری

۳-۱-۵- شرایط خشک شدن نوارها

شرایط خشک شدن نوارهای ریخته‌گری شده نیز مورد بررسی قرار گرفت. خشک شدن نوارها در محیط بسته شده توسط سلفون علاوه بر جلوگیری از ورود آلودگی به نوارها، سبب کنترل فرایند خشک شدن نوارها و در نتیجه جلوگیری از عیوب ظاهری مانند پوست خشک نیز می‌گردد. لازم به ذکر است علاوه بر شرایط بالا، شرایط پخت نیز مورد بررسی قرار گرفت که مشخص شد نوارها در دمای 150°C به خوبی تف جوشی شد. همچنین جهت مقایسه بهتر خواص نمونه‌ها با هم، سعی شد که تمام نوارها در شرایط یکسان مورد پخت قرار گیرند. در آخر ترکیب مناسب دوغاب ریخته‌گری جهت تهیه نوارهای مناسب که در جدول ۳-۱ مشاهده می‌شود به‌دست آمد.

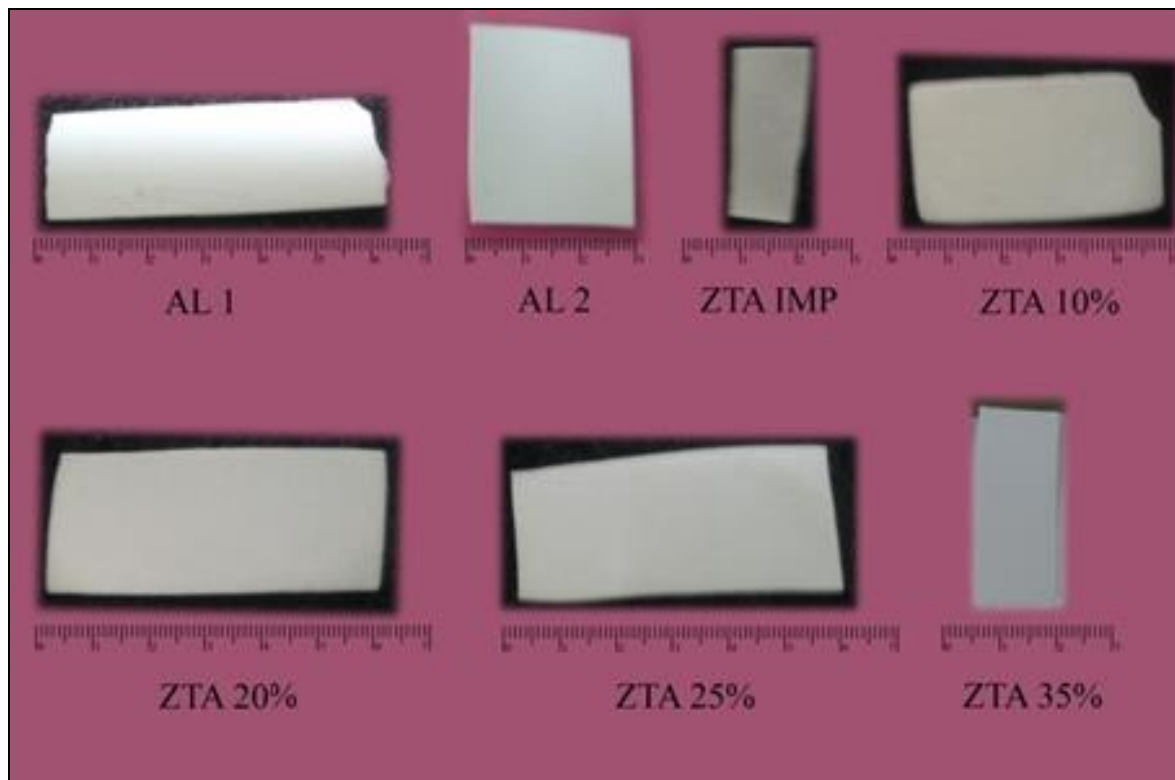
جدول ۳-۱: ترکیب دوغاب بهینه نمونه‌های آلومینا مورد بررسی قرارگرفته در این پژوهش

آزمایش	پودر	حلال (H ₂ O)	پراکنده‌ساز (wt%)* Dulapix(CE64)	آمونیاک (wt%)*	روان‌ساز (wt%)* (Glycerin)	چسب (wt%)* (PVA)
Al(۱)	۵۶	۴۴	۰/۷۵	۰/۷۵	۱۱	۸/۳
Al(۲)	۵۷	۴۳	۰/۷	۰/۸	۱۱	۷/۲

* بر حسب درصد وزنی پودر

لازم به ذکر است که مقدار افزودنی‌ها در جدول ۳-۱ بر حسب درصد وزنی پودر در نظر گرفته شده است. در این فصل به بررسی هفت نمونه که در شکل ۳-۶ مشاهده می‌شود می‌پردازیم. به عبارت دیگر نمونه‌های حاصل از روش تجربی مذکور لازم است با معیارهای استاندارد سنجیده شوند تا اولاً صحت روش و مطلوب

بودن نمونه‌ها جهت کاربردهای مذکور سنجیده شود، ثانياً نمونه‌های ساخته شده با ترکیبات مختلف نسبت به هم چه خصوصیتی دارند و به تناسب آن برای چه کاربردهایی مناسب‌تر می‌باشند.



شکل ۳-۶: قطعات مورد بررسی قرارگرفته در این پژوهش

۳-۲- بررسی چگالی نمونه‌ها

به دلیل نداشتن شکل هندسی منظم نمونه‌های پخت شده، روش ارشمیدس جهت تعیین چگالی نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفت. جدول ۳-۲ مقایسه‌ی چگالی ظاهری و تئوری نمونه‌های تفجوشی‌شده را نشان می‌دهد. این ارقام نشان می‌دهد که وقتی مقدار زیرکونیای پایدارشده افزایش می‌یابد، به دلیل بالا بودن چگالی پودر زیرکونیای پایدار شده نسبت به آلومینا با افزایش چگالی روبرو هستیم. همچنین حضور ذرات ریز زیرکونیای پایدارشده در بین ذرات آلومینای زمینه و پر شدن فضای بین آن سبب کاهش تخلخل و افزایش چگالی نمونه‌ها می‌شود. [۴۷،۲۱].

جدول ۳-۲: مقایسه چگالی نمونه‌های پخت شده

نمونه	AL(۱)	AL(۲)	ZTA (10%)	ZTA (20%)	ZTA (35%)	ZTA (IMP)
چگالی تئوری (g/cm^3)	۳/۹۹	۳/۹۹	۴/۲	۴/۴۲	۴/۷۵	۴/۸
چگالی ارشمیدس (g/cm^3)	۳/۵۱	۳/۶۰	۳/۸۵	۴/۱۰	۴/۴۵	۴/۶۷
چگالی نسبی %	۸۷/۹	۹۰/۲۰	۹۱/۶۰	۹۲/۳۰	۹۳/۶۰	۹۷/۳۰

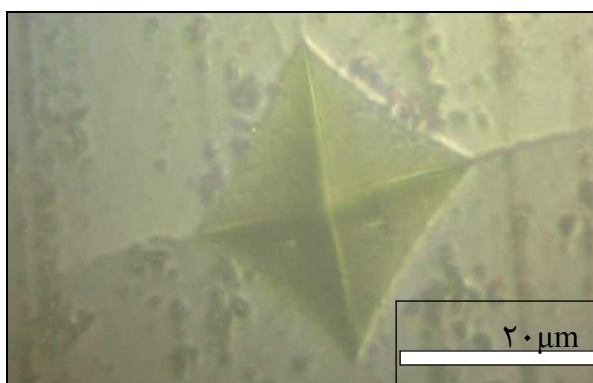
در جدول ۳-۲ روند افزایش چگالی با افزایش درصد زیرکونیای پایدارشده قابل مشاهده است بیشترین چگالی نسبی مربوط به نمونه تزریق پلیمری (ZTA(IMP)) می‌باشد. که علت این امر این است که در روش ریخته‌گری نواری ابتدا یک لایه نازک ساخته می‌شود. فیلم نازک تولید شده پس از خشک شدن و خارج کردن مواد آلی، یک لایه نازک متخلخل ایجاد می‌شود و سپس پخت می‌گردد، درحالی‌که در نمونه تزریق شده به فیلم نازک متخلخل ۳YSZ تولید شده، تخلخل از قبل شکل گرفته و تزریق آلومینا تا حدود زیادی تخلخل‌های موجود را از بین می‌برد و نمونه بعد از تفجوشی چگال‌تر می‌شود [۳۶].

چگالی بالا در کاربردهایی که نیاز به مقاومت به خوردگی و سایش داریم بسیار مهم است. [۱۳، ۱۴]. مقدار چسب نیز بر میزان تخلخل تاثیر دارد به‌گونه‌ای که با افزایش مقدار آن نسبت به حالت بهینه بعد از خارج کردن چسب، مقدار ماده خارج شده بیشتر و در نتیجه تخلخل افزایش یافته که خود سبب کاهش استحکام می‌گردد [۲۱]. مقایسه چگالی نمونه‌های AL(۱) و AL(۲) مبین این مطلب است.

۳-۳- بررسی سختی نمونه‌ها

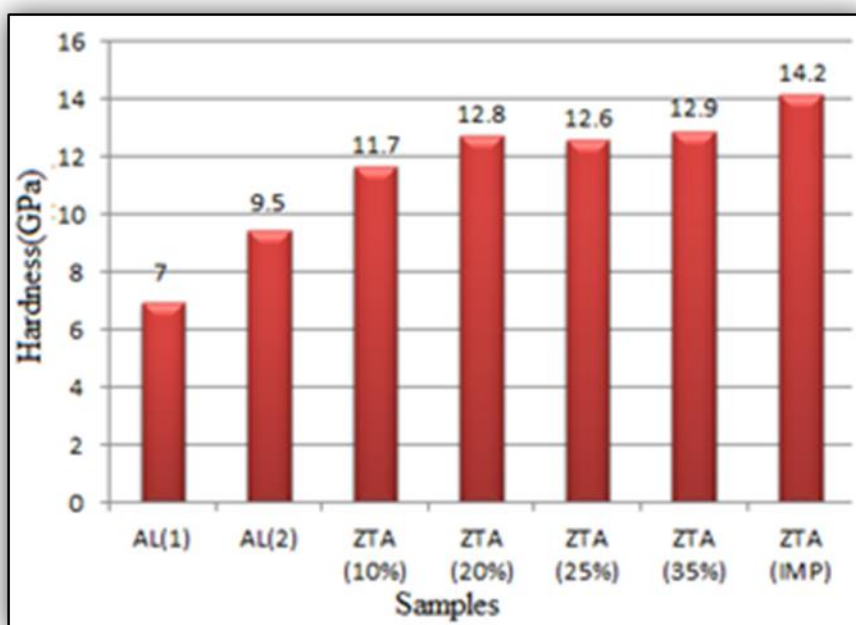
میزان سختی استاندارد برای آلومینای خالص حدود ۱۹-۲۰ GPa و برای زیرکونیای پایدارشده ۱۲ GPa می‌باشد [۳۲، ۳۰]. از آنجا که نمونه‌ی آلومینای خالص به‌راحتی تفجوشی نمی‌شود و نیاز به کمک تفجوشی جهت پخت مناسب دارد، از طرفی به‌دلیل تخلخل زیاد این نمونه‌ها سختی بالایی حاصل نشد [۴۶، ۲۱]. حضور ذرات فاز ثانویه در کامپوزیت ZTA که در اینجا زیرکونیای پایدارشده می‌باشد اولاً سبب نفوذ هر چه بیشتر بین باندهای سرامیک پایه (آلومینا) و سبب افزایش چسبندگی بیشتر ذرات آن می‌شود، ثانیاً سبب بهبود پخت به‌دلیل قابلیت تفجوشی بهتر و دمای پخت پایین‌تر زیرکونیای پایدارشده نسبت آلومینا می‌شود. به عبارت دیگر به دلیل بالا بودن سطح ویژه ذرات زیرکونیای پایدارشده نسبت به ذرات آلومینا، دارای نیرو محرکه‌ی تفجوشی بالایی می‌باشند لذا انرژی لازم جهت تفجوشی این ذرات پایین و در نتیجه در دمای

پایین‌تری نسبت به ذرات آلومینا تفجوشی می‌شوند [۲۱]. بنابراین به دلیل پخت بهتر و نیز تخلخل کمتر ZTA نسبت به نمونه‌های آلومینای خالص، سختی $14/2 \text{ GPa}$ (مربوط به نمونه ZTA(IMP) به دست آمد. شکل ۷-۳ تصویر نقطه تماس پراب بر روی نمونه ZTA(20%) بعد از انجام تست میکرو سختی را نشان می‌دهد.



شکل ۷-۳ تصویر نقطه تماس پراب بر روی نمونه ZTA(25%)

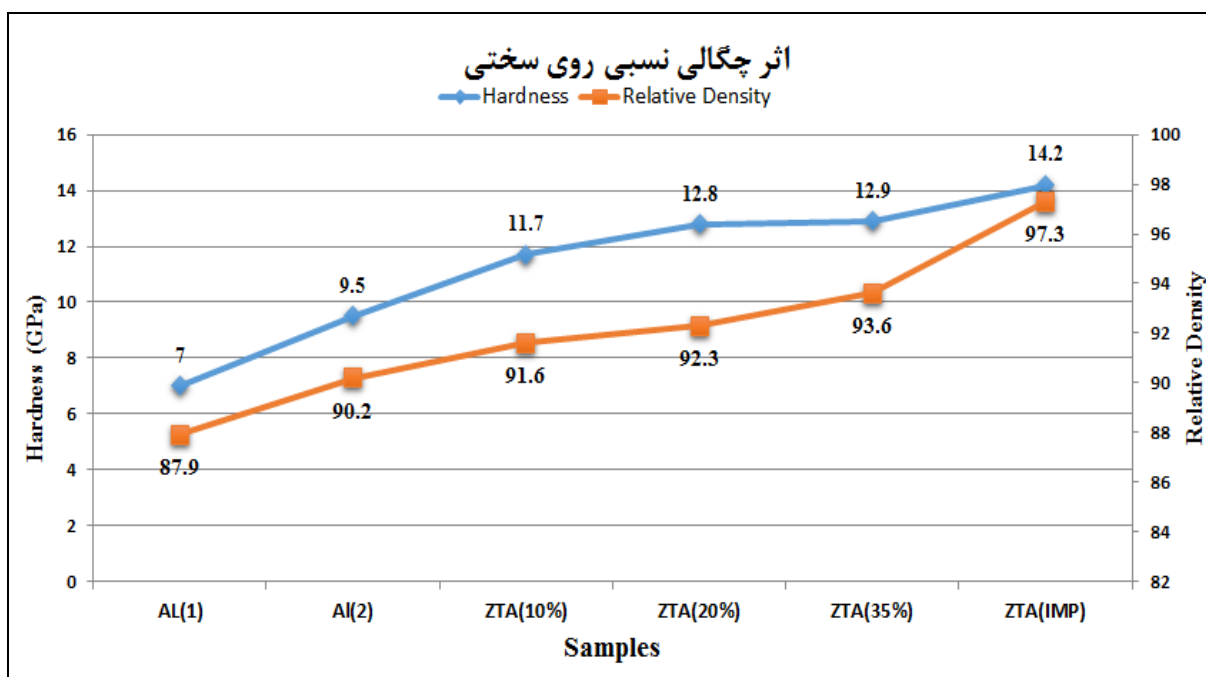
در شکل ۸-۳ می‌توان مقادیر سختی نمونه‌ها که با دستگاه میکروسختی اندازه‌گیری شده را مشاهده نمود. آن‌چه قابل توجه است، کنترل دقیق تمام شرایط آزمایش از جمله آسیاکاری مناسب، هوازدایی خوب و پخت مناسب در کاهش تخلخل و افزایش سختی بسیار موثر است.



شکل ۸-۳: مقایسه سختی اندازه‌گیری شده توسط دستگاه میکروسختی سنج ویکرز

همان‌طور که دیده می‌شود در نمونه‌های آلومینای خالص به دلیل تخلخل زیاد نتوانستیم به سختی مناسبی دست یابیم. با کاهش درصد چسب در نمونه AL(۲) نسبت به AL(۱) تخلخل کمتر و در نتیجه سختی بالاتری حاصل شد [۴۶].

افزودن ذرات زیرکونیای پایدارشده سبب کنترل بهتر ریزساختار و در نهایت رسیدن به خواص مطلوب می‌شود. حضور ذرات زیرکونیای پایدارشده در زمینه آلومینا، به دلیل توانایی تشکیل ۱۰۰٪ فاز تتراگونال در دمای اتاق و ایجاد استحاله مونوکلینیک به تتراگونال سبب انبساط شدید حجمی در نزدیکی نوک ترک می‌شود. این دگرگونی فازی مانع از رشد و اشاعه‌ی ترک و در نتیجه سبب افزایش سختی می‌شود [۴۷، ۴۸]. همچنین در کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به دلیل تفاوت در ضرایب انبساط حرارتی فازها در حین سرمایش-گرمایش (دراثر پخت) تنش‌هایی به ساختار وارد می‌شود که ذرات فاز ثانویه موجب انحراف ترک و جلوگیری از اشاعه آن شده و در نتیجه تاثیر مثبتی بر روی استحکام و سختی دارد [۱۲]. به همین دلیل است که در نمونه‌های کامپوزیت مانند ZTA(20%) نسبت نمونه‌های آلومینای خالص AL(۱) و AL(۲) سختی بیشتری دارا می‌باشند. بالاترین سختی اندازه گیری شده در نمونه تزریق شده بدست آمد که می‌تواند ناشی از تخلخل کم این نمونه باشد [۲۱]. در شکل ۳-۹ می‌توان روند افزایش سختی را با افزایش چگالی نسبی مشاهده نمود.

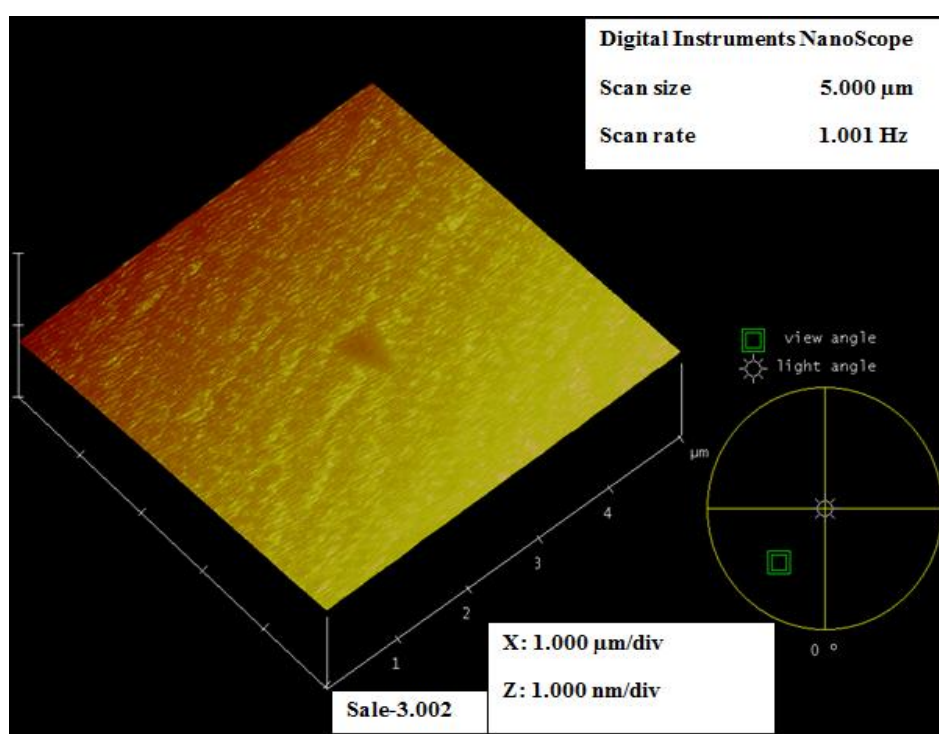


شکل ۳-۹: ارتباط سختی نمونه‌های پخت شده با چگالی نسبی

۳-۴- بررسی و مقایسه سختی نانوفروفتگی، مدول یانگ و سفتی نمونه‌ها

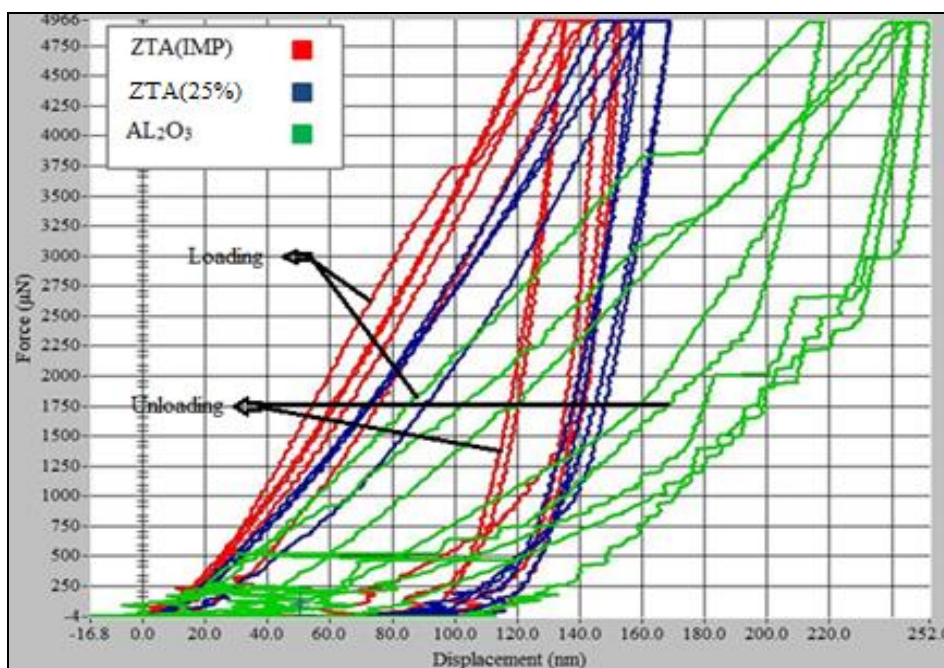
۳-۴-۱- بررسی سختی نانوفروفتگی

در نانوفروفتگی (Nanoindentation) بارهای کوچک و سایزهای مختلف نوک پروب استفاده شده است. بنابراین منطقه تغییر شکل یافته ناشی از نوک پروب می‌تواند در حد چند میکرومتر یا چند نانومتر باشد. در شکل ۳-۱۰ تصویر پروب نانوفروفتگی بر روی نمونه قابل مشاهده است.



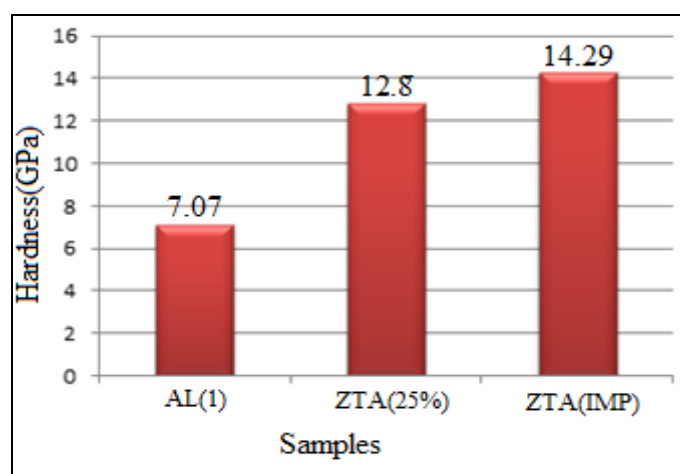
شکل ۳-۱۰: تصویر پراب نانوفروفتگی بر روی نمونه

هنگام ایجاد تورفتگی پارامترهای مختلفی مانند بار و عمق نفوذ برای چندین نقطه می‌تواند اندازه‌گیری شود و منحنی بار جابجایی برای استخراج خواص مکانیکی قابل مشاهده است. در اینجا سه نمونه $AL(1)$ ، $ZTA(25\%)$ و $ZTA(IMP)$ با یکدیگر مقایسه گردید. شکل ۳-۱۱ گراف مسیرهای اندازه‌گیری شده توسط دستگاه نانوفروفتگی را نشان می‌دهد.



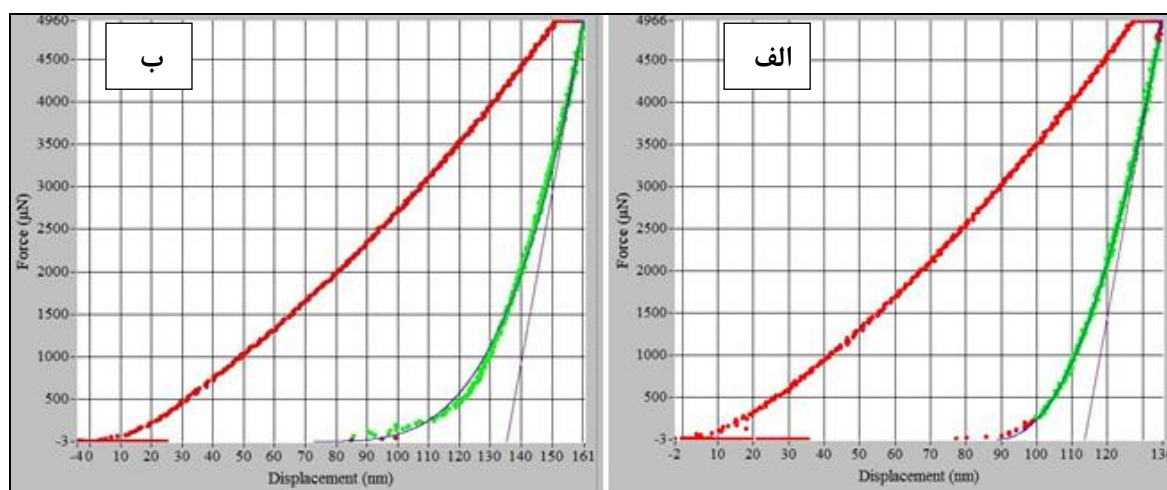
شکل ۱۱-۳: مقایسه گراف نانوفرورفتگی نمونه‌های AL(۱) رنگ سبز، ZTA(۲۵٪) رنگ آبی و ZTA(IMP) رنگ قرمز

با توجه به استاندارد ASTM-E2546 (شکل ۱۲-۲) سختی تماس با مقدار S (میزان جابجایی در بار یکسان) رابطه عکس دارد. با توجه به شکل ۱۱-۳ مقدار S برای نمونه آلومینای خالص نسبت به دو نمونه دیگر خیلی بیشتر است که نشان دهنده‌ی سختی کمتر نسبت به دو نمونه دیگر است. این امر تا حدود زیادی ناشی وجود ذرات زیرکونیای پایدارشده در در مرزدانه‌ها است که سبب قفل شدن مرزدانه و مانع از رشد دانه‌ها و در نتیجه سبب افزایش سختی در نمونه‌های کامپوزیت می‌شود. شکل ۱۲-۳ سختی نانوفرورفتگی سه نمونه آلومینای خالص، ZTA ریخته‌گری و ZTA تزریق پلیمری با هم مقایسه شده است.



شکل ۱۲-۳: مقایسه سختی نانوفرورفتگی نمونه‌های آلومینای خالص، ZTA ریخته‌گری و ZTA تزریق پلیمری

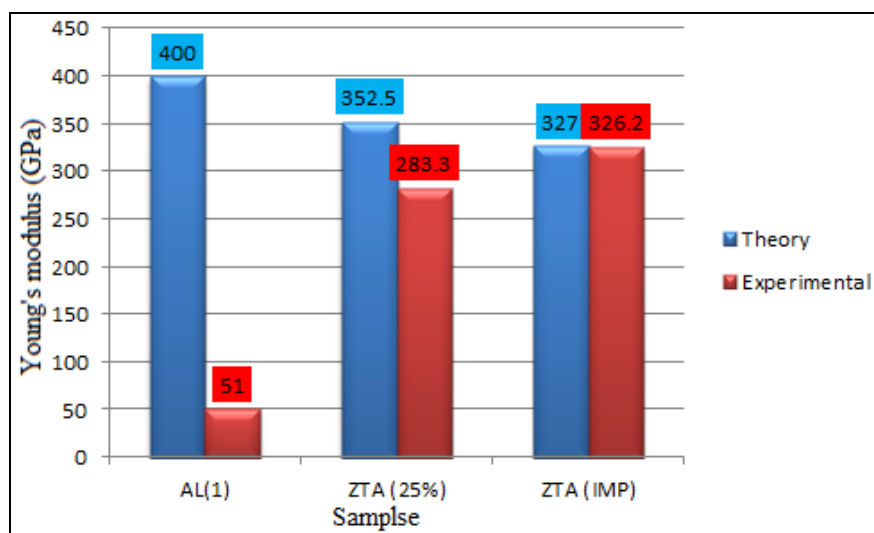
در شکل ۳-۱۳ سختی نانوفروفتگی نمونه‌های کامپوزیت که به دو روش ریخته‌گری نواری و تزریق پلیمر ساخته شده است به صورت مجزا با هم مقایسه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در بار یکسان مقدار جابجایی نمونه ZTA(IMP) کمتر از نمونه ZTA(25%) است بنابراین سختی بالاتری در نمونه ZTA(IMP) حاصل شد که علت آن می‌تواند تخلخل کم این نمونه باشد.



شکل ۳-۱۳: مقایسه تحلیل نانوفروفتگی، (الف) نمونه ZTA(IMP) و (ب) ZTA(25%)

۳-۴-۲- بررسی مدول یانگ

در شکل ۳-۱۴ مدول یانگ تئوری نمونه‌ها با مدول یانگ متوسط اندازه‌گیری شده به روش آزمون نانوفروفتگی باهم مورد مقایسه قرار گرفته است.

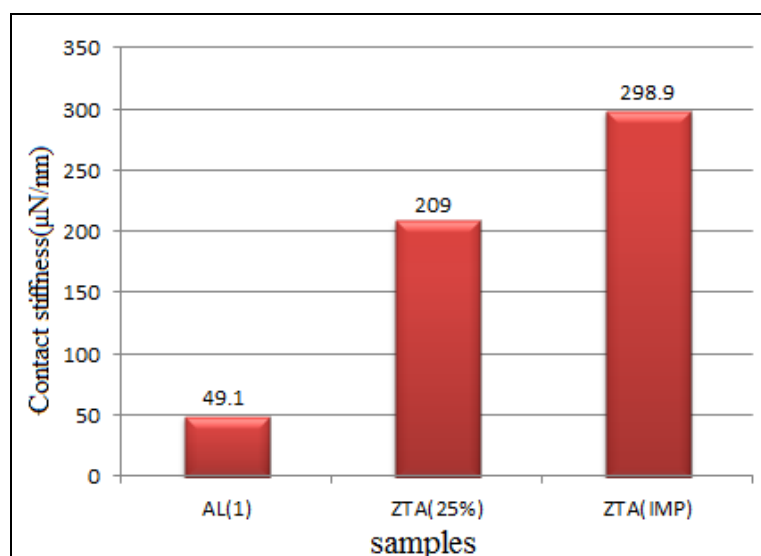


شکل ۳-۱۴: مقایسه مدول یانگ تئوری نمونه‌ها با مدول یانگ متوسط اندازه‌گیری شده به روش آزمون نانوفروفتگی

به دلیل درصد تخلخل زیاد در نمونه آلومینای خالص نتوانستیم به مدول مناسبی دست یابیم. همچنین عدم پخت مناسب آلومینای خالص نیز تا حدودی تاثیرگذار بود. مقایسه نمونه تزریق شده ((ZTA(IMP) و نمونه ZTA(25%) با داده‌های تئوری آنها، نشان می‌دهد که کمترین میزان تخلخل مربوط به نمونه ZTA(IMP) می‌باشد [۴].

۳-۴-۳- بررسی سفتی تماس^۱

با مقایسه سفتی تماس نمونه‌ها در شکل ۳-۱۵ مشاهده می‌شود حضور ذرات زیرمیکرون^۲ زیرکونیا پایدارشده (به عنوان فاز ثانویه) سبب پخت بهتر نمونه‌های کامپوزیت شده که این امر سبب افزایش سفتی تماس نسبت به نمونه آلومینای خالص شده است. از طرفی به دلیل تخلخل زیاد، در نمونه AL(۱) سفتی تماس بالایی حاصل نشد [۴۹]. مقایسه سفتی تماس نمونه ZTA(IMP) با نمونه ZTA(25%) می‌تواند ناشی از افزایش ذرات زیرکونیای پایدارشده و تخلخل کمتر نمونه تزریق پلیمری باشد.



شکل ۳-۱۵: متوسط سفتی تماس اندازه‌گیری شده به روش آزمون نانوفرورفتگی

^۱ Contact stiffness

^۲ Submicron

۳-۵- بررسی چقرمگی شکست نمونه‌ها (K_{1C})

با استفاده از طول ترک به‌دست آمده از داده‌های میکروسختی و مقادیر سختی و مدول یانگ نمونه‌ها مقدار چقرمگی شکست محاسبه شد.

نمونه	AL (1)	ZTA(10%)	ZTA(25%)	ZTA(IMP)	ZTA*	ZTA**
چقرمگی شکست $\text{MPa m}^{1/2}$	۱/۰۵	۵/۹	۶/۶	۷/۲	۶/۳	۸

* کامپوزیت ZTA ساخته شده به روش اکستروژن [۵]

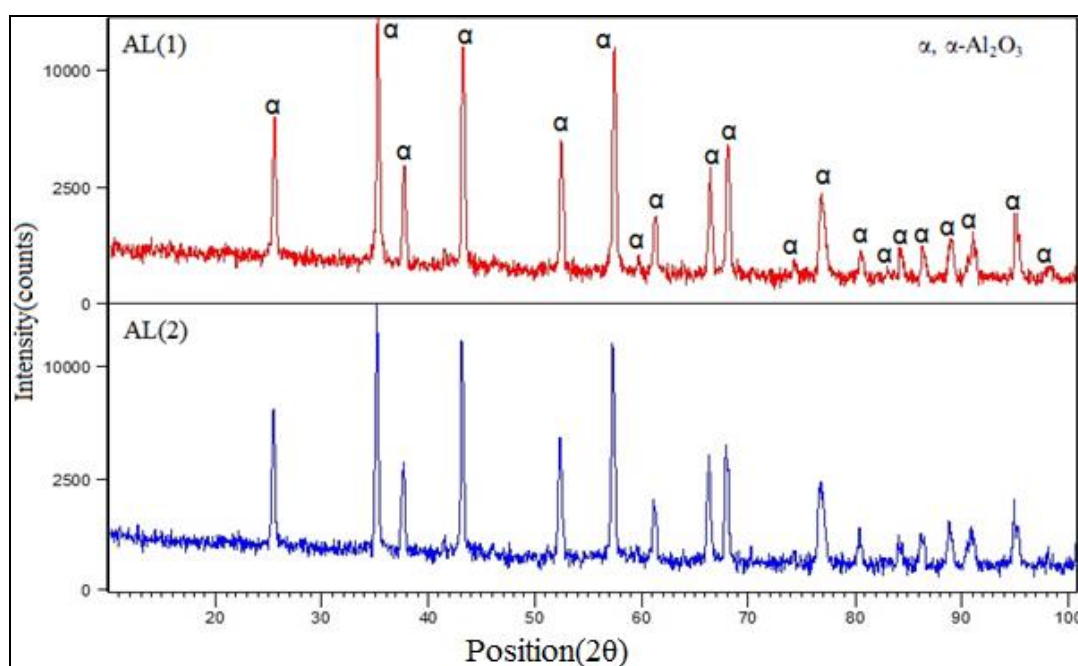
** کامپوزیت ZTA ساخته شده به روش ریخته‌گری نواری [۲۹]

با افزودن زیرکونیای پایدارشده که به‌عنوان تقویت‌کننده‌ی چقرمگی شکست در سرامیک‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد، به علت تشکیل استحاله فازی مونوکلینیک به تتراگونال در نمونه کامپوزیت چقرمگی شکست مناسبی یافت شد. با مقایسه مقادیر K_{1C} نمونه ZTA(IMP) با کامپوزیت به‌دست آمده به روش ریخته‌گری نواری توسط چارتیر و همکاران می‌توان گفت که در نمونه تزریق تا حدودی چقرمگی شکست مناسبی حاصل شد که علت آن می‌تواند حضور بیشتر ذرات زیرکونیای پایدارشده و تخلخل کمتر در نمونه ZTA(IMP) باشد [۲۹].

۳-۶- بررسی داده‌های میکروسکوپی

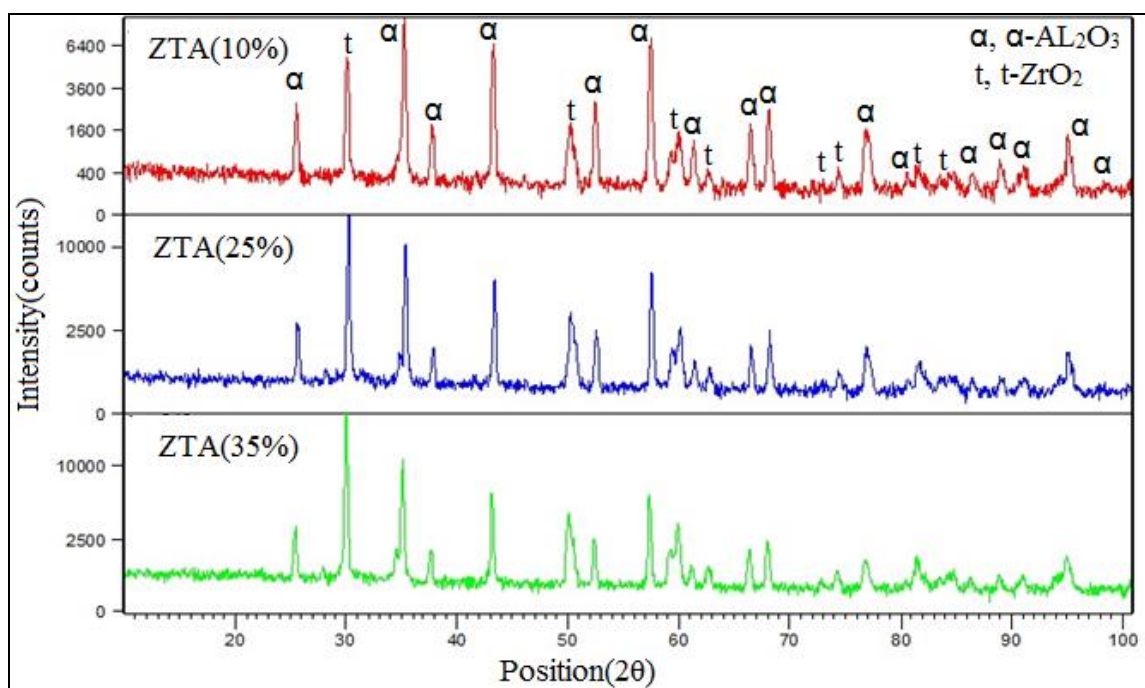
۳-۶-۱- ترکیب اجزا (پراش پرتو X)

همان‌طور که گفته شد هر ماده دارای کارت استاندارد مشخص است لذا با استفاده از نرم‌افزار X Pert و شدت پراش اشعه در موقعیت‌های مختلف، نمونه‌ها با هم مورد مقایسه قرار گرفت [۴۵]. همچنین در آخر نمونه کامپوزیت تزریق پلیمری (ZTA(IMP)) با نمونه ZTA(۱۵٪) آماده شده توسط راو و همکارانش مورد مقایسه قرار داده شد [۳]. در تمام گراف‌ها فاز آلومینا با α و زیرکونیای پایدارشده با t نشان داده شد. شکل ۳-۱۶ مربوط به گراف XRD دو نمونه AL(۱) و AL(۲) می‌باشد. تمام پیک‌ها دو نمونه منطبق با آلومینای خالص از نوع (α) می‌باشد. بنابراین می‌توان گفت که در هر دو نمونه تنها فاز آلومینا وجود دارد.



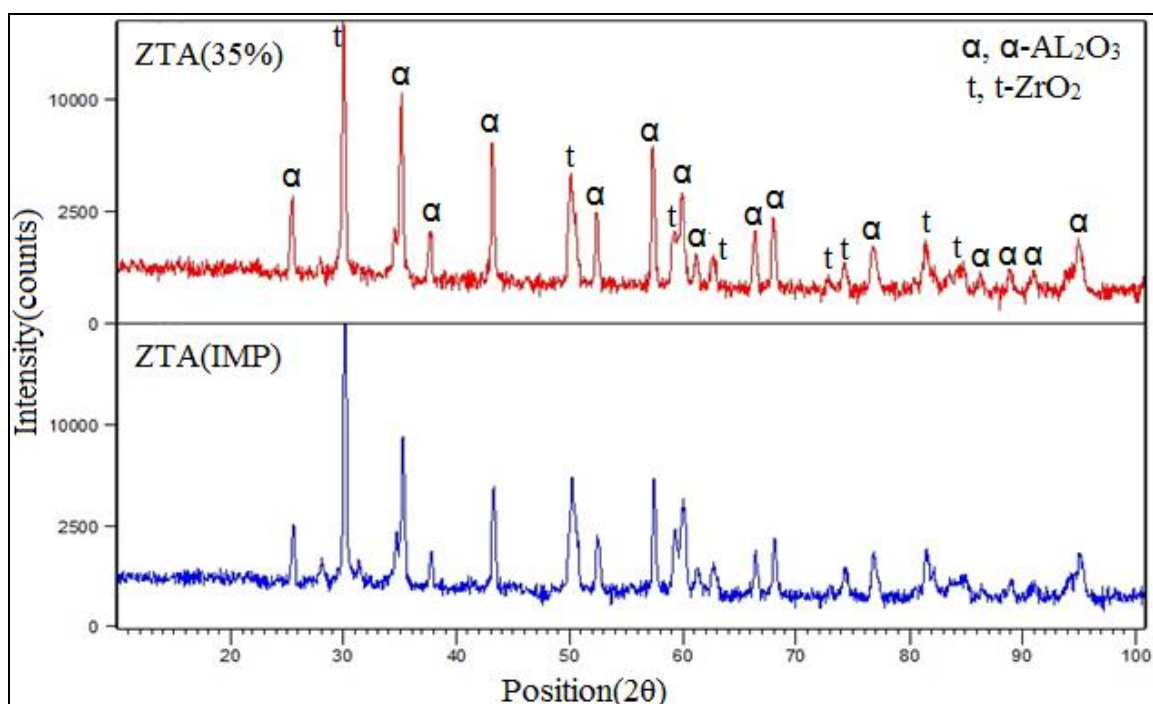
شکل ۳-۱۶: مقایسه گراف XRD نمونه AL(۱) و AL(۲)

شکل ۳-۱۷ مقایسه گراف XRD نمونه‌های ZTA با درصدهای مختلف زیرکونیا پایداری شده را نشان می‌دهد. وجود حداقل سه پیک از هر دو فاز آلومینا و زیرکونیای پایداری شده، حضور دو ماده را در هر سه نمونه نشان می‌دهد. از طرفی با توجه به افزایش شدت پراش در موقعیت پیک‌های زیرکونیای پایداری شده می‌توان گفت که به ترتیب از نمونه ZTA(10%) تا نمونه ZTA(35%) مقدار زیرکونیای پایداری شده افزایش یافته است.



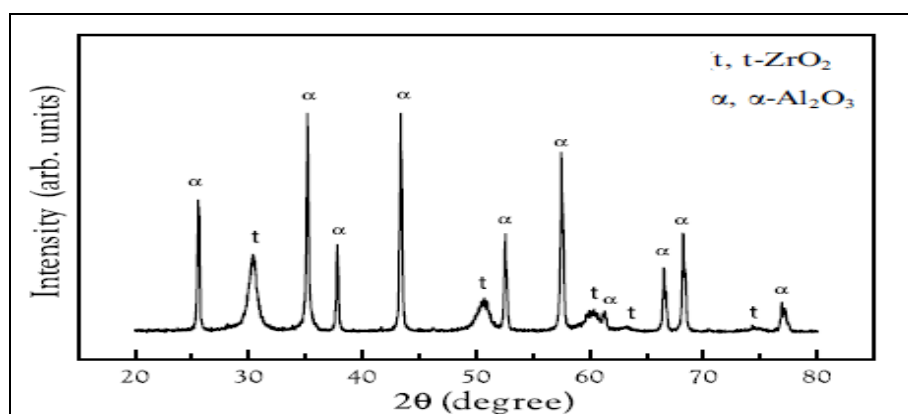
شکل ۳-۱۷: مقایسه گراف XRD نمونه‌های ZTA(10%)، ZTA(25%) و ZTA(35%)

در شکل ۳-۱۸ مقایسه گراف XRD نمونه‌های کامپوزیت ZTA(35%) و ZTA(IMP) مشاهده می‌شود حداقل سه پیک منطبق بر کارت استاندارد از هر دو ماده آلومینا و زیرکونیای پایدارشده در هر دو نمونه، حضور هر دو فاز را در نمونه‌ها تایید می‌نماید. با توجه به تفاوت اندک شدت پراش اشعه در بعضی از موقعیت‌های فاز آلومینا و همچنین زیرکونیای پایدارشده در نمونه ZTA(IMP) نسبت به نمونه ZTA(35%) می‌توان گفت که درصد زیرکونیای پایدارشده در در نمونه ZTA(IMP) اندکی بیشتر است.



شکل ۳-۱۸: مقایسه گراف XRD نمونه ZTA(35%) و ZTA(IMP)

مقایسه موقعیت پیک‌ها در گراف XRD نمونه کامپوزیت ساخته شده توسط راو در شکل ۳-۱۸ با گراف‌های شکل ۳-۱۹، حضور هر دو فاز آلومینا و زیرکونیا در نمونه‌های ZTA(35%) و ZTA(IMP) را تصدیق می‌کند

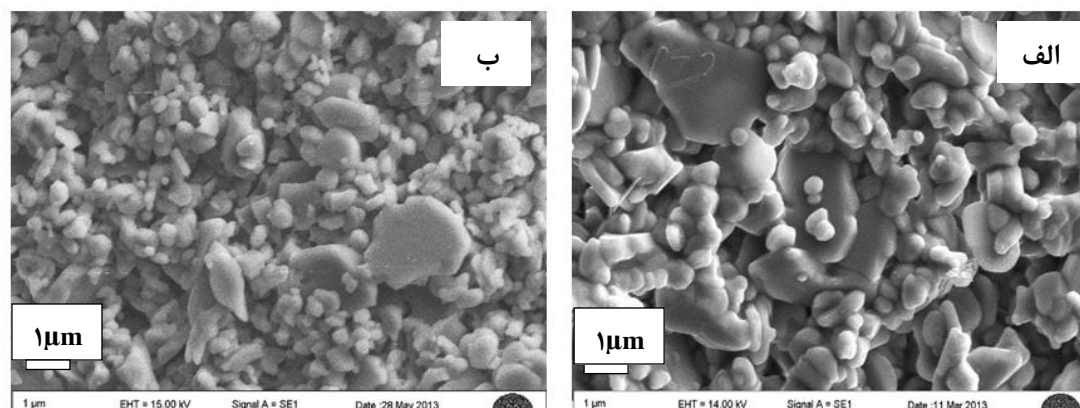


شکل ۳-۱۹: XRD نمونه ۱۵ درصد زیرکونیای پایدارشده در زمینه آلومینا [۳]

۳-۶-۲- ریزساختار نمونه‌ها میکروسکوپ الکترونی روبشی

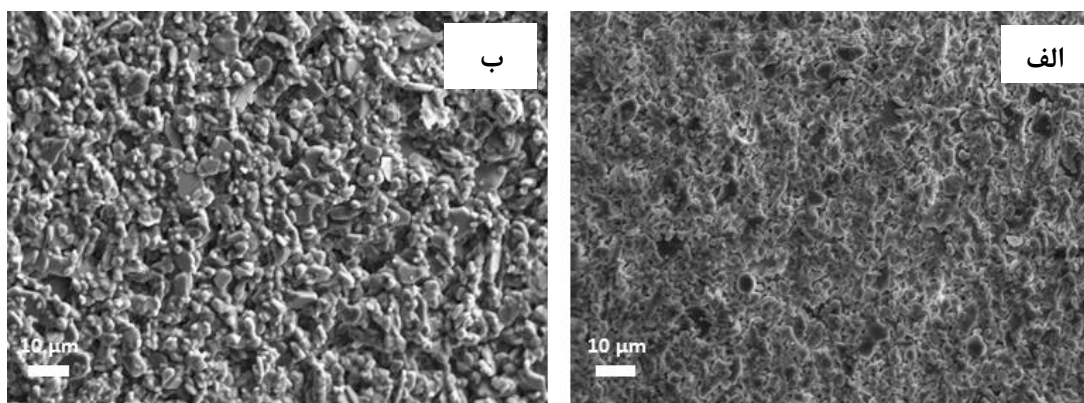
ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده با استفاده از تصاویر SEM مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت. به منظور بهبود فرایند پخت سرامیک‌های خالص معمولاً از کمک تفجوشی استفاده می‌شود. از جمله کمک تفجوشی ها مورد استفاده برای آلومینا، اکسید منیزیم (MgO) می‌باشد. در کامپوزیت ZTA ذرات ریز زیرکونیای پایدار شده که به عنوان فاز دوم (ثانویه) استفاده شده است، می‌تواند سبب بهبود فرایند پخت گردد. [۲۰، ۲۱].

به طور کلی در نمونه‌ها فاز خاکستری نمایانگر ذرات آلومینا و فاز سفید ذرات زیرکونیای پایدار شده می‌باشد. در شکل ۳-۲۰ دو نمونه مختلف از آلومینای خالص با شرایط یکسان پخت و درصد چسب متفاوت را نشان می‌دهد. غیریکنواختی و ناهمگنی که در ساختار مشاهده می‌شود، ناشی از عدم پخت مناسب نمونه‌ها می‌باشد. نقاط تاریک تخلخل سطحی را در نمونه‌های آلومینای خالص نشان می‌دهد که مقدار آن با استفاده از نرم‌افزار Image tools اندازه‌گیری شد. البته در نمونه (ب) به علت کاهش درصد چسب نسبت به (الف)، میزان تخلخل سطحی کمتر بوده و یکنواختی بهتری نسبت به نمونه (الف) دارد. همچنین مقایسه SEM دو نمونه نشان می‌دهد AL(۲) پخت بهتری نسبت به نمونه AL(۱) دارد.



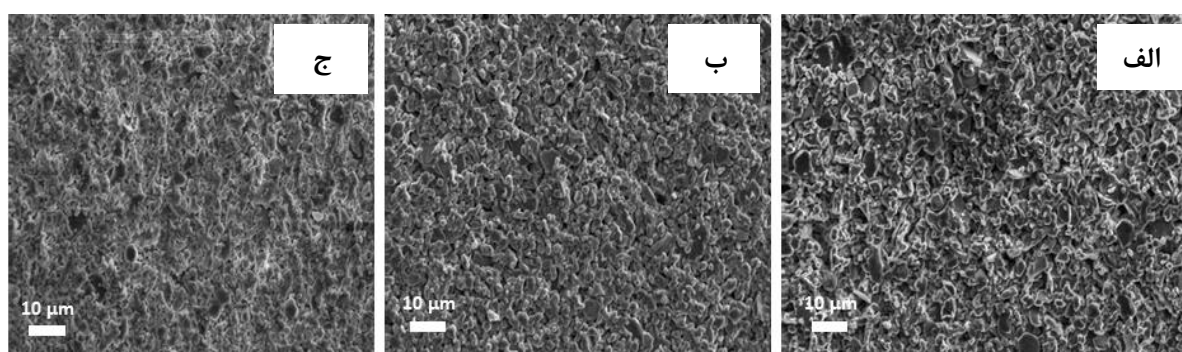
شکل ۳-۲۰: SEM نمونه‌های آلومینای خالص با شرایط یکسان پخت شده با درصد چسب مختلف، (الف) نمونه AL(۱) با ۸/۴ درصد وزنی چسب (ب) نمونه AL(۲) با ۷/۲ درصد وزنی چسب

در شکل ۳-۲۱ (الف) نمونه ZTA(35%) و نمونه (ب) آلومینای خالص (AL(۲)) می‌باشد. در نمونه ZTA(35%) به دلیل وجود زیرکونیای پایدار شده پخت و در نتیجه چسبندگی بین ذرات بهتر شده که نشان‌دهنده یکنواختی بهتر ساختار ZTA(35%) نسبت به نمونه AL(۲) می‌باشد [۱۸].



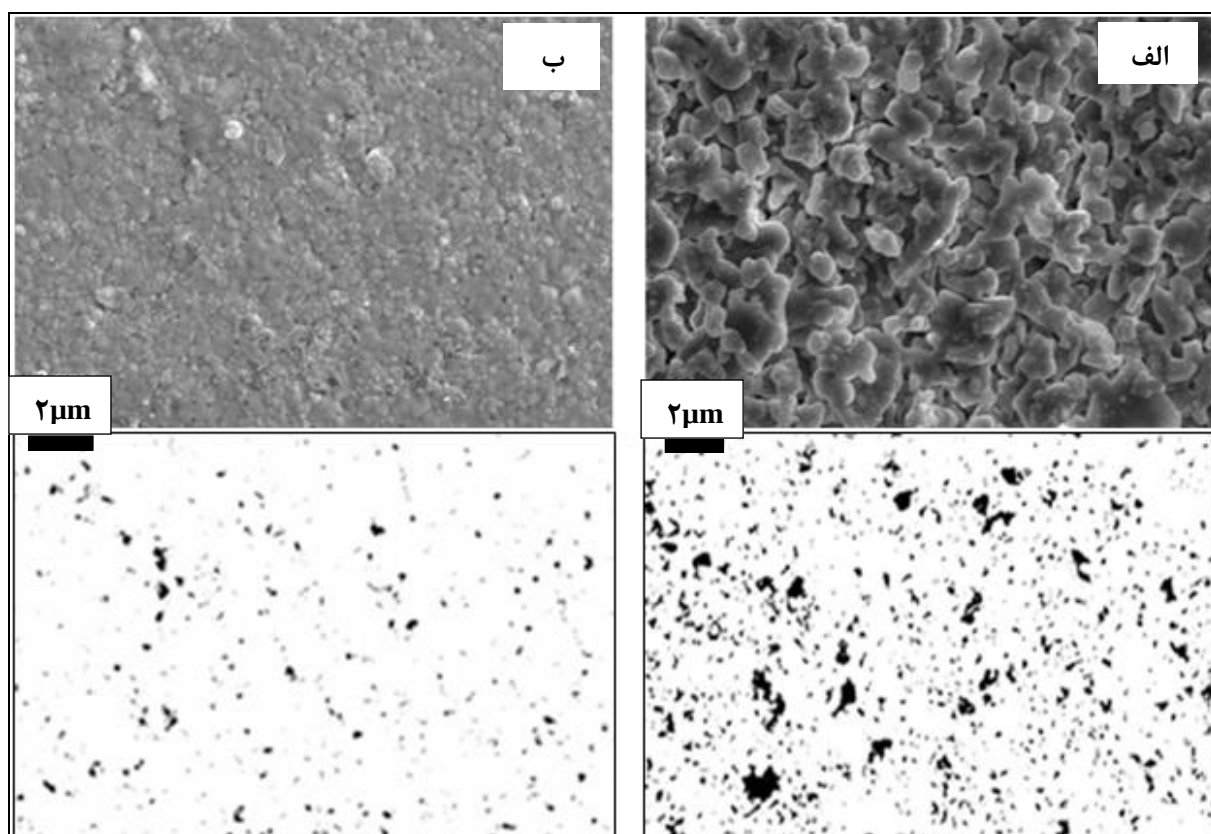
شکل ۳-۲۱: مقایسه SEM نمونه (الف) ZTA(35%) با درصد تخلخل ۶/۷ (ب) نمونه (۲) AL با درصد تخلخل ۱۰

در شکل ۳-۲۲ نمونه‌های کامپوزیت ZTA با درصدهای وزنی مختلف از 3YSZ را نشان می‌دهد. مشاهده شد که با افزایش درصد وزنی 3YSZ از نمونه (الف) تا نمونه (ج) اولاً نمونه به دلیل افزایش زیرکونیای پایدار شده چگال‌تر و بهتر پخت شده و ثانیاً یکنواختی ساختار افزایش می‌یابد. این امر به افزایش سختی و استحکام نمونه کمک می‌کند. [۱۸].



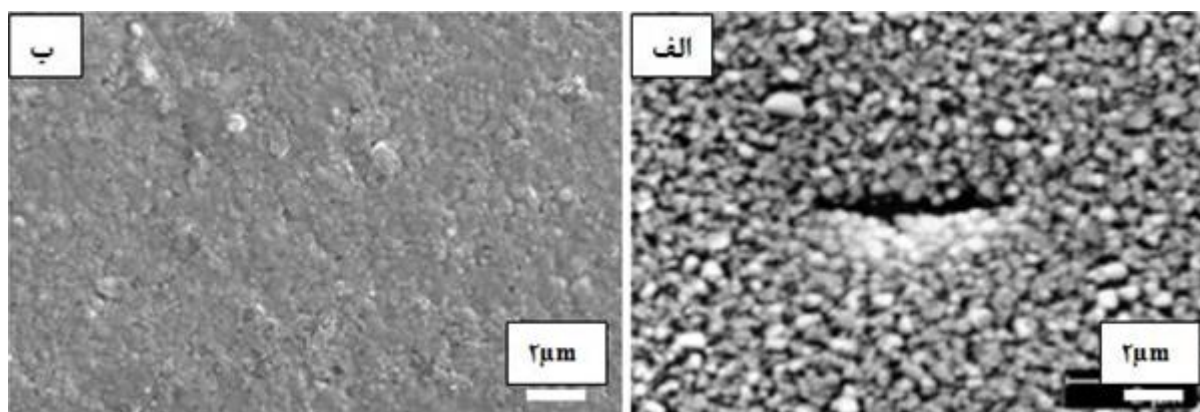
شکل ۳-۲۲: مقایسه SEM نمونه‌های ZTA با درصد زیرکونیای پایدار شده متفاوت (الف) 10 wt% 3YSZ (ب) 20 wt% 3YSZ (ج) 35 wt% 3YSZ

مقایسه SEM نمونه‌های ساخته شده به دو روش ریخته‌گری نواری و تزریق پلیمری در شکل ۳-۲۳ نشان می‌دهد که در روش تزریق پلیمری نمونه به‌دست آمده متراکم‌تر، پخت بهتر و یکنواختی بیشتری دارد. اندازه‌گیری چگالی این نمونه به روش ارشمیدس و محاسبه تخلخل سطحی آن، مقدار چگالی نسبی حدود ۹۷/۵ درصد را نشان می‌دهد، که شهادی بر متراکم شدن بیشتر نمونه می‌باشد. مقایسه میزان تخلخل سطحی این دو نمونه در شکل ۳-۲۳ قابل مشاهده است. در کل می‌توان گفت که نمونه تزریق پلیمری فرایند پخت به‌صورت کامل انجام شده و ساختاری کاملاً یکنواخت و متراکم دارد.



شکل ۳-۲۳: مقایسه SEM و تخلخل سطحی نمونه‌های ZTA تولید شده به روش الف) ریخته‌گری نواری با ۸/۷٪ تخلخل سطحی ب) تزریق پلیمری آلومینا به لایه متخلخل ۳YSZ با ۲/۵٪ تخلخل سطحی

در شکل ۳-۲۴ ریزساختار نمونه ZTA(IMP) با نمونه ZTA ساخته شده توسط گیورک به روش ریخته‌گری نواری مورد مقایسه قرار گرفته است. همان‌طور که مشاهده می‌شود نمونه ZTA(IMP) تخلخل سطحی کمتر و یکنواختی ساختار بهتری را دارا می‌باشد.



شکل ۳-۲۴: مقایسه ریزساختار نمونه‌ها ZTA ، الف) روش ریخته‌گری نواری توسط گیورک، ب) روش تزریق پلیمری آلومینا به لایه متخلخل ۳YSZ

فصل چهارم

نتیجه گیری

۴-۱- نتیجه‌گیری

(۱) ترکیب بهینه کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا به روش ریخته‌گری نواری که با استفاده از طیف وسیعی از آزمایش‌های به‌دست آمده در جدول ۴-۱ نشان داده شده است.

جدول ۴-۱: ترکیب بهینه دوغاب ریخته‌گری نواری

چسب*	روان ساز*	تنظیم‌کننده (PH)*	پراکنده‌ساز*	درصد حلال	درصد پودر
۷/۵ wt%	۱۱ wt%	۰/۹ wt%	۰/۷۵ wt%	۴۲-۴۶	۵۴-۵۸

* بر حسب درصد وزنی پودر

(۲) کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا با تلفیق روش ریخته‌گری نواری و تزریق پلیمری با استفاده از طیف وسیعی از آزمایش‌ها و رسیدن به ترکیب بهینه تهیه گردید.

(۳) افزودن ذرات ریز زیرکونیای پایدارشده به زمینه آلومینا سبب افزایش چگالی کامپوزیت سرامیک ریخته‌گری نواری تا حدود ۹۳/۶٪ شد. بیشترین مقدار چگالی اندازه گیری شده ۹۷/۳٪ بود که مربوط به نمونه‌های تولید شده به روش تلفیقی (ZTA(IMP می‌باشد.

(۴) با بررسی داده‌های میکروسختی حضور ذرات فاز ثانویه (زیرکونیای پایدارشده) در زمینه آلومینا سبب افزایش سختی نمونه‌ها تا رسیدن به حدود ۱۲/۹GPa برای نمونه‌های ZTA(۳۵٪ و ۱۴,۲GPa برای نمونه‌های ZTA(IMP و به تبع آن سبب افزایش استحکام گردید. علت کم‌بودن میزان سختی آلومینای خالص تخلخل زیاد بود.

(۵) با بررسی داده‌های نانوفروفتگی مشخص شد که نمونه‌ی کامپوزیت تزریق پلیمری در مقایسه با آلومینای خالص و کامپوزیت حاصل از ریخته‌گری نواری مخلوط پودر، در بار یکسان، کمترین جابجایی و در نتیجه بیشترین سختی ۱۴/۲۹GPa و سفتی تماس تا ۲۹۸/۹μN/nm را در بین نمونه‌ها دارا می‌باشد. مدول یانگ کامپوزیت‌ها، ۲۸۳/۳GPa برای ZTA(۲۵٪ و ۳۲۶/۲GPa برای ZTA(IMP اندازه‌گیری شد.

(۶) حضور ذرات زیرکونیای پایدار شده در زمینه آلومینا سبب افزایش چقرمگی شکست تا ۷/۲ MPam^{1/2} در نمونه تزریق پلیمری گردید.

(۶) با بررسی و مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مشخص شد که نمونه‌های آلومینای خالص به‌دلیل عدم پخت مناسب ساختاری غیریکنواخت و متخلخل دارند. افزایش درصد زیرکونیای پایدار شده در نمونه‌های ZTA سبب کاهش تخلخل و افزایش یکنواختی ساختار گردید. در نمونه تزریق پلیمری

(ZTA(IMP)) ساختار یکنواخت و همگن بوده و کم‌ترین میزان تخلخل را نسبت به دیگر نمونه‌ها دارا می‌باشد.

(۷) بررسی داده‌های پراش اشعه X هر نمونه حضور فازهای آلومینا و زیرکونیای پایدارشده را در هر یک از نمونه‌ها را نشان داد.

(۸) داده‌های تجربی نشان می‌دهد که کامپوزیت‌های ساخته شده به روش تزریق پلیمری نسبت به روش ریخته‌گری نواری خواص فیزیکی و مکانیکی بهتری را دارا می‌باشند. لذا با بررسی داده‌های نمونه‌های کامپوزیت تهیه شده از روش تلفیقی در مقایسه با روش ریخته‌گری نواری مرسوم، استفاده از روش تلفیقی به عنوان روشی جدید در تولید کامپوزیت‌های سرامیکی را تایید می‌نماید.

۴-۲- اقدامات آتی

(۱) انجام تزریق پلیمری طی چند مرحله به لایه متخلخل ریخته‌گری شده و مقایسه خواص فیزیکی و مکانیکی آن

(۲) یافتن راه‌حلی مناسب جهت اندازه‌گیری استحکام فیلم‌های نازک و ساخت فیکسچر مناسب برای انجام این آزمون

(۳) بررسی خصوصیات سایشی و رسانایی حرارتی نمونه‌های کامپوزیت آلومینا/زیرکونیا

(۴) بررسی زیست‌سازگاری نمونه‌های تولید شده در کاربردهای پزشکی با اعضای بدن

مراجع

١. <http://www.Ceramics.com>
٢. Juliano Pierri, Eleny B. Roslindo, Roberto Tomasi, Eliria M.J. Agnolon Pallone, Eliana C.S. Rigo, “Alumina/zirconia composite coated by biomimetic method, Journal of Non-Crystalline Solids”, 2006, Vol 352, PP 5279–5283.
٣. P.G. Rao, M. Iwasa, T. Tanaka, I. Kondoh, T. Inoue, “Preparation and mechanical properties of Al₂O₃–15wt.%ZrO₂ composites”, Scripta Materialia, 2003, Vol 48, PP 437–441.
٤. W. Pabst, E. Gregorová, I. Sedlářová, M. Černý, “Preparation and characterization of porous alumina–zirconia composite Ceramics”, Journal of the European Ceramic Society, 2011, Vol 31, PP 2721–2731.
٥. T.S. Kim , T. Goto , B. Lee, “Microstructure control and mechanical properties of fibrous Al₂O₃/ZrO₂ composites fabricated by extrusion process”, Scripta Materialia, 2005, Vol 52 , PP 725–729.
٦. Sarkar, S.K. and B.T. Lee, “Evaluation and comparison of the microstructure and mechanical properties of fibrous Al₂O₃–(m-ZrO₂)/t-ZrO₂ composites after multiple extrusion steps”. Ceramics International, 2010, Vol 36, PP 1971-1976
٧. Davim, J.P., J. Silva, and A.M. Baptista, “Experimental cutting model of metal matrix composites (MMCs)”. Journal of Materials Processing Technology, 2007, Vol 183, PP 358-362.
٨. Kaifeng Zhang, Guofeng Wang, Zhenjie Wang, Changwen Wang, Wenbo Han, “Fabrication and superplasticity of Al₂O₃/3Y-TZP laminated composite”, Journal of the European Ceramic Society, 2006, Vol 26, PP 253–257.
٩. M. Jimenez-Melendo, F. Gutierrez- Mora A. Dominguez – Rodriguez, “Effect of layer interfaces on the high temperature mechanical properties of Alumina/Zirconia laminated composites” Acta mater, 2000, Vol 48, PP 4715–4720.
١٠. Fancheng Meng, Cheng Liu, Fan Zhang, Zhongqing Tian, Weijiu Huang, “Densification and mechanical properties of fine-grained Al₂O₃–ZrO₂ composites consolidated by spark plasma sintering”, Journal of Alloys and Compounds, 2012, Vol 512, PP 63-67.
١١. A. Morales-Rodríguez, A. Domínguez-Rodríguez, G. de Portu, M. Jiménez-Melendo, “Creep mechanisms of laminated alumina/zirconia-toughened alumina composites”, Journal of the European Ceramic Society, 2009, Vol 29, PP 1625–1630.

١٢. Deville, S., et al., “Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants”. Journal of the European Ceramic Society, 2003. Vol 23(15), PP 2975-2982.
١٣. Zhang, X.F. and Y.C. Li, “On the coMParison of the ballistic performance of 10% zirconia toughened alumina and 95% alumina ceramic target”. Materials & Design, 2010. Vol 31(4), PP 1945-1952.
١٤. Tang, D., et al., “Evaluation of mechanical reliability of zirconia-toughened alumina composites for dental implant”. Ceramics International, 2012, Vol 38(3), PP 2429-2436.
١٥. <http://www.mtm.kuleuven.be/Onderzoek/Ceramics/EPD>
١٦. <http://web.ornl.gov/info/ornlreview/rev28-4/text/gelcast.htm>.
١٧. A. Tarlazzi, E. Roncari, P. Pinasco, S. Guicciardi, C. Melandri, G. de Portu, “Tribological behaviour of Al₂O₃/ZrO₂-ZrO₂ laminated composites”, Wear, 2000 ,Vol 244, PP 29–40
١٨. A.J. Sa´nchez-Herencia, J. Gurauskis, C. “Baud´ın, Processing of Al₂O₃/Y-TZP laminates from water-based cast tapes”, Composites Part B, 2006, Vol 37, PP 499–508.
١٩. R. E. Mistler and E. R. Twinname, “tape casting theory and Practice”. American Ceramic Society, 2000 , pp. 1-152
٢٠. Richard E. Mistler and Eric R. Ih-iname, “Tape casting theory and practice”, The American Ceramic Society, 2000
٢١. D. Hotza, P. Greil, “Review: aqueous tape casting of ceramic powders”, Materials Science and Engineering A, 1995, Vol 202, PP 206-217
٢٢. J. Gurauskis, A.J. S´anchez-Herencia, C. Baud´ın, “Alumina–zirconia layered ceramics fabricated by stacking water processed green ceramic tapes”, Journal of the European Ceramic Society, 2007, Vol 27, PP 1389–1394.
٢٣. R. W.Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer. Materials Science and Technology. VCH PUBLICATION, 1995 ,pp.189-25.
٢٤. P. Boch and J. C. Niepce .Ceramic Materials. ISTE Ltd. 2007 ,pp.153-173.
٢٥. F. F. Y. WANG ,“Treatise on Materials Science and Engineering”. Academic press. 1976 . pp.173-197.
٢٦. T. A. Ring , “Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis”. Academic press. 1996 , pp.250-273.

۲۷. W. M. Simund, N. S. Bell and L. Bergstorm ,“Novel Powder Processing Methods for Advanced Ceramics” J. Am. Ceram. Soc, 2000, Vol 83, pp. 1557-1574.
۲۸. F. Doreau, G. TarôÁ, M. Guedes, T. Chartier, C. Pagnoux and J. M. F. Ferreira, “Mechanical and Lamination Properties of Alumina Green Tapes Obtained by Aqueous Tape-casting”, Journal of the European Ceramic Society, 1999, Vol 19, PP 2867-2873.
- ۲۹ T. Chartier and T. Rouxel“Tape-Cast Alumina-Zirconia Laminates: Processing and Mechanical Properties” Journal of the European Ceramic Society, 1997, Vol 17, PP 299-308
۳۰. Zeng Yuping, Jiang Dongliang, Peter Greil, “Tape casting of aqueous Al₂O₃ slurries”, Journal of the European Ceramic Society, 2000, Vol 20, PP 1691-1697
۳۱. F. Snijkers, A. de Wilde, S. Mullens, and J. Luyten ,“Aqueous tape casting of yttria stabilised zirconia using natural product binder” J. Eup. Ceram. Soc. 2004, Vol 24, pp. 1107-1110.
۳۲. J. Gurauskis, A.J. S´anchez-Herencia and C. Baud´in ,“Al₂O₃/Y-TZP and Y-TZP materials fabricated by stacking layers obtained by aqueous tape casting ” J. Eup. Ceram. Soc. 2006, Vol 26, pp. 1489-1496.
۳۳. Xiang Jun-hui , Huang Yong and Xie Zhi-peng ,“Study of gel-tape-casting process of ceramic materials” .Mater. Sci. Eng. A, 2002, Vol 323 , pp. 336-341.
۳۴. M. P. Albano, L. A. Genova, L. B. Garrido, and K. Plucknett ,“Estimation Mari´a P. Albano, Luis A. Genova, Liliana B. Garrido, and Kevin Plucknett” .Ceram. Int. ,2008, Vol 34 , pp. 1983-1988.
۳۵. Z. Lv , T. Zhang, D. Jiang, , J. Zhang, Q. Lin ,“Aqueous tape casting process for SiC” . Ceram Int. 2009, Vol 3 ,pp. 1889-1895.
- ۳۶ Mojtaba Ghatee, Mohammad Hossain Shariat, and John Irvine, “ Production of high conductivity composite zirconia solid oxide electrolytes with good mechanical strength through net-shape”, Journal of Materials Chemistry 2008
۳۷. http://id.wikipedia.org/wiki/Aluminium_nitrate
۳۸. <http://id.wikipedia.org/wiki/Etanol>
۳۹. Sam-Daliri, O., M. Ghatee, and R. Zamani, “Study of mechanical properties of alumina/3YSZ composite prepared by polymer impregnation method”, in The 3rd

International Conference on Composites: Characterization, Fabrication and Application (CCFA-3) 2012: Tehran, Iran

۴۰. حسین توپسرکانی، اصول علم مواد، انتشارات دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۷۹

۴۱. <http://www.astm.org/Standards/E384>

۴۲. Roy W. Rice "Mechanical Properties of Ceramics and Composites: Grain And Particle Effects" American Ceramic Society 2005 PP 436-438

۴۳. <http://en.wikipedia.org/wiki/Nanoindentation>

۴۴. مریم کرباسی، میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو، انتشارات جهاد دانشگاهی، ۱۳۹۰

۴۵. فرهاد گلستانی فرد، روش های شناسایی و آنالیز مواد، انتشارات دانشگاه علم و صنعت، ۱۳۸۳

۴۶. Roy w. rice "porosity of ceramics, American Ceramic Society, pp 276-285, 1998

۴۷. Deville, S., et al., "Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants" Journal of the European Ceramic Society, 2003. Vol 23(15), pp 2975-2982

۴۸. جعفر جعفری پور میبدی، یعقوب علی، صاحبعلی منافی، احمد هادی، ساخت و بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی آلومینا-زیرکونیا، مجله تحقیقاتی مواد نانو کامپوزیتی، ۱۳۸۹

۴۹. Christopher H. Schilling, Victor J García, Rachelle M. Smith, R A Roberts Ultrasonic and Mechanical Behavior of Green and Partially Sintered Alumina: Effects of Slurry Consolidation Chemistry, American Ceramic Society, Vol 81, Issue 10, 1998, pp 2629–2639

Abstract

Alumina or aluminum oxide is one of the most important engineering ceramics. This material has been used in cutting tools, parts resistant to abrasion and corrosion, due to its outstanding mechanical and physical properties. Pure alumina has a very low fracture toughness. This reduces the reliability of produced samples and makes it difficult to be utilized. Adding Stabilized zirconia to alumina yields alumina/zirconia composites with increased fracture toughness. Thin layers of ceramic are used in various industries such as industrial machinery and medical industry. Tape casting is distinguished as one of the most important approaches to form thin ceramics films. The purpose of this study is to investigate the application of combined Tape casting-polymer Impregnation method with Polymerized Infusion method for the purpose of producing common alumina/zirconia composites. Using tape casting method, several samples were made. In order to make these samples through this method, first, stabilized zirconia, alumina and a combination of them were prepared considering different parameters to reach an optimum mixture. To produce the samples using combined method, first, a prose layer of stabilized zirconia was made using the Tape casting method, and then, the layer was soak in aluminum nitrate, and Finally, the samples prepared by the two methods

were sintered at high temperature. Using Archimedes method, the density of samples was measured. Hardness was determined using microhardness and nanoindentation tests. X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) were used to study the phases and microstructure of the samples. Density data showed that samples had a dense structure. Their hardness results revealed that hardness would increase by increasing the amount of stabilized zirconia fraction. Samples made using combined method had the most hardness (14 GPa) and Fracture toughness ($7.2 \text{ MPam}^{1/2}$) across all the samples. The most contact stiffness ($299 \text{ }\mu\text{N/nm}$) and Young module (326 GPa) belonged to the samples made using combined method. XRD results showed existence and also the approximate content of Stabilized zirconia and alumina phases. Finally, According to SEM micrographs of the samples, the impregnated sample had the least porosity and the most structural uniformity. This study demonstrates the potential of the combined technique as a new method in producing alumina/zirconia thin films.

Keywords: Tape casting, Polymer Impregnation, Alumina/zirconia composite, Thin film



Shahrood University
Department of Mechanical Engineering

Thesis for Master of Science in Mechanical Engineering

Title

Manufacturing of Zirconia-Alumina based ceramic thin films by tape casting-polymer impregnation method

Written by
Mohsen Ghorban

Supervisors
Dr. Mojtaba Ghatte
Dr. Seyed hadi Ghaderi

February 2014