

بررسی قابلیت ماشین کاری نانوکامپوزیت‌های سرامیکی سیلیکون کاربید/نیتريد بور

صاحبعلی منافی^{۱*}، سید حسین بدیعی^۱، یعقوب علی^۲ و جعفر جعفری پور میدی^۲

^۱باشگاه پژوهشگران جوان، دانشگاه آزاد اسلامی شاهرود، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی مواد

^۲دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم تحقیقات، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۴/۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۷/۱۱/۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۳/۵

چکیده ذرات کاربید سیلیکون (SiC) با نانوذرات نیتريد بور (BN) پوشش دهی و سپس سنتز شده‌اند. سرامیک‌های نانوکامپوزیتی و میکروکامپوزیتی SiC/BN با روش زیتربینگ پلاسمای فعال (PAS)، زیتتر شده‌اند. در نانوکامپوزیت‌ها به واسطه توزیع همگن نانوکریستال‌های BN اطراف دانه‌های زمینه SiC، اندازه دانه نانوکامپوزیت‌ها کوچک‌تر از دانه‌های منولیتیک و میکروکامپوزیت‌های SiC است. به دلیل اینکه استحکام خمشی نانوکامپوزیت‌ها به مقدار کمی کاهش می‌یابد (برای نانوکامپوزیت SiC-۲۰/BN حدود ۱۸٪ کاهش) و سختی آنها به شدت کم می‌شود، خواص ماشین کاری به طور چشمگیری بهبود می‌یابد.

کلمات کلیدی میکروکامپوزیتی، نانو SiC/BN، ماشین کاری، خواص مکانیکی، نانوکامپوزیت، زیتربینگ پلاسمای فعال.

Study of Machinable Silicon Carbide–Boron Nitride Ceramic Nanocomposites

S.A. Manafi^{*1}, S.H. Badiee¹, Y. Elli² and J. Jafaripour Meibodi²

¹Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Islamic Azad University of Shahrood,
Member of Young Researcher Company

²Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Islamic Azad University of Science and Research Branch

Abstract Silicon carbide (SiC) particles coated with nano-boron nitride (BN) were synthesized. The SiC/BN ceramic nano-composites and microcomposites were sintered by plasma-activated sintering. For the nano-composites, due to the homogeneous dispersion of the nano-BN crystals around the SiC grains of the matrix, the grain size of nano-composites was smaller than the monolithic SiC and micro-composites. As a result, the bending strength of the nano-composites decreased slowly (for SiC/20 % h-BN nano-composite, about 18% decrease), while their hardness decreased sharply and the machinability properties were improved noticeably.

Keywords Micro-Composite, SiC/BN Nano, Machinability, Mechanical Properties, Nanocomposite, Plasma-Activated Sintering.

*عهده‌دار مکاتبات

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی شاهرود، گروه مهندسی مواد.

تلفن: ۰۲۷۳-۳۳۴۳۳۰۵، دورنگار: ۰۲۷۳-۳۳۷۴۲۸۵، پیام‌نگار: ali_manafi2005@yahoo.com

۱- مقدمه

یک بطری پلاستیکی به مدت ۴۸ ساعت مخلوط و سپس خشک شدند. مخلوط خشک درون کوره با حرارت دهنده گرافیتی قرار می‌گیرد و در دمای ۸۵۰°C (نرخ افزایش دما: $۵-۲\text{K}/\text{min}$) ۲۱ ساعت در مجاورت گاز نیتروژن نگه داشته می‌شود، که در اثر واکنش مخلوط با گاز نیتروژن، پودرهای کپسولی شکل نانوکامپوزیت $\alpha\text{-SiC}/\text{BN}$ تشکیل می‌شود. آلومینا و ده درصد وزنی اکسید ایتیم در نقش کمک زینتر درون آسیاب گلوله‌ای به نمونه‌ها اضافه می‌شود. سپس به مدت ۶ ساعت با نمونه‌ها مخلوط می‌شود و از الک مش ۳۰۰ عبور داده می‌شود [۸]. مخلوط به دست آمده تحت زینتر پلاسمای فعال در دمای ۱۷۰۰°C ، ۵ دقیقه تحت فشار غیر محوری ۳۰MPa در مجاورت گاز نیتروژن با فشار ۱۲MPa قرار می‌گیرد.

برای مقایسه خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌ها و میکروکامپوزیت‌ها، از پودر h-BN با میانگین اندازه ذرات $۲\mu\text{m}$ برای تهیه میکروکامپوزیت‌های SiC/BN استفاده شده است. از محصول به دست آمده دو سری نمونه با قطر ۳۰mm و ضخامت ۴mm با ابعاد الماسی بریده، و سپس ساییده و پولیش می‌شوند. پس از آن نمونه‌ها به مکعب مستطیل‌هایی با ابعاد $۲۶\text{mm}\times ۴\text{mm}\times ۳\text{mm}$ تبدیل می‌شوند.

۲-۲- تعیین خواص و مشاهده ریزساختار

فازهای بلورین نانو پودرهای کامپوزیتی و نمونه‌های زینتر شده با آنالیز پراش اشعه ایکس XRD شناسایی شدند. ریزساختار نمونه‌ها توسط آنالیزهای میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مشخص شده است. برای انجام آنالیز SEM، نمونه‌ها پولیش شده و در مذاب هیدروکسید سدیم، ۱۰ دقیقه اچ شده‌اند. چگالی (ρ) نمونه‌ها با تکنیک غوطه‌وری ارکمید در آب مقطر تعیین شده است.

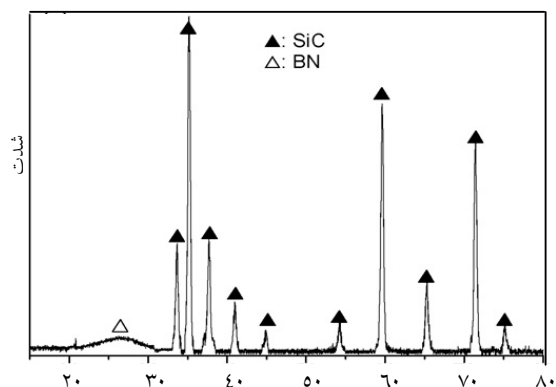
سرامیک‌های کاربیدسیلیکون خواص ویژه‌ای دارند؛ مانند خواص مکانیکی دما بالا، خواص حرارتی، الکترونیکی و نیمه‌رسانایی فوق‌العاده؛ و به همین دلیل در زمینه‌های گوناگونی کاربرد دارند. اما به سبب دشواری در ماشین‌کاری قطعات کاربیدی سیلیکون، ساخت قطعات و اجزای پیچیده و ظریف از این ماده مشکل است و محدودیت دارد. بنابراین تحقیق و پژوهش درباره قابلیت ماشین‌کاری SiC اهمیت ویژه‌ای دارد.

تحقیقات نشان داده‌اند که نانوکامپوزیت‌ها می‌توانند خواص مکانیکی را با توزیع نانو ذرات درون دانه‌ها یا در مرز دانه‌های زمینه بهبود دهند [۱-۲]. در مطالعات اخیر با افزودن نانو ذرات سخت به زمینه، خواص مکانیکی افزایش یافته است. به تازگی هم فازهای نرم فلزی به منزله فاز دوم به کامپوزیت‌ها اضافه شده که خواص مکانیکی آنها با افزودن فاز دوم بهبود یافته است. ساختار کریستالی نیتريد بوره‌گراگونال (h-BN) مشابه ساختار گرافیت است. تحقیقات بسیاری بر روی بهبود خواص مکانیکی و ماشین‌کاری Al_2O_3 ، AlN ، ZrO_2 ، Si_3N_4 و غیره، با فاز نانویی h-BN صورت گرفته است [۳-۷]. در این تحقیق تولید نانوکامپوزیت سرامیکی SiC/BN با قابلیت ماشین‌کاری عالی و خواص مکانیکی بهتر بررسی شده است.

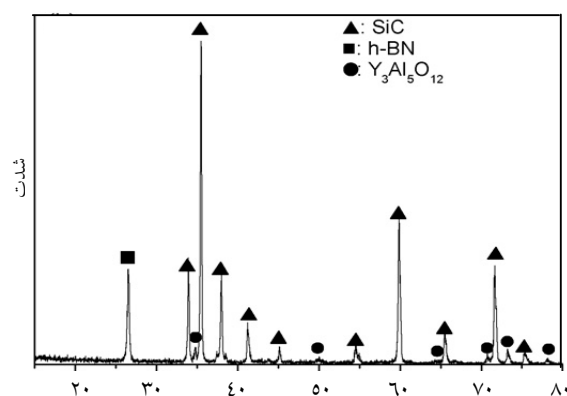
۲- نحوه انجام آزمایش

۱-۲- تهیه مواد اولیه

مواد اولیه شامل پودر $\alpha\text{-SiC}$ با میانگین اندازه ذرات $۲\mu\text{m}$ ، اسید بوریک خالص (H_3BO_3) و اوره خالص $(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)$ است. پودر $\alpha\text{-SiC}$ ، H_3BO_3 و $(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)$ با گلوله‌ای با آسیاب گلوله‌ای SiC و اتانل درون



(الف)



(ب)

شکل ۱. الگوهای پراش اشعه ایکس کامپوزیت SiC پوشش یافته با BN (۳۰ درصد وزنی)، (الف) پودر سنتز شده در دمای 850°C و (ب) کامپوزیت بعد از عملیات PAS در دمای 1700°C .

Y_2O_3 به فاز مرزی $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ است. این روند فرآیند زینترینگ را کاهش می دهد.

شکل های ۲ (الف) و (ب)، تصاویر TEM پودرهای کامپوزیتی SiC/BN را نشان می دهد. شکل ۲ (الف) نشان دهنده ذرات SiC است که با نانو BN پوشش یافته و علت آن واکنش اسیدبوریک و اوره است.

استحکام خمشی (σ) نمونه ها در دمای اتاق با استفاده از آزمایش خمشی (اندازه نمونه $3 \times 4 \times 26 \text{ mm}$ ، فاصله بین پایه ها 20 mm و سرعت بارگذاری 0.50 mm/min) تعیین می شود. همه سطوح نمونه ها در نهایت با چرخ الماس 800 گریت ساییده، و لبه آنها شیب دار می شود. تافنس شکست (K_{IC}) با روش اشعه شکاف تک لبه ای (SENB) و آزمایش خمشی سه نقطه ای تعیین شده است (اندازه نمونه $4 \times 2 \times 20 \text{ mm}^3$ ، فاصله بین پایه ها 16 mm ، عرض شکاف بیشتر از 0.2 و عمق سوراخ $0.1 \pm 0.05 \text{ mm}$). سختی ویکرز HV با روش فرورفتگی ویکرز به دست می آید (مقدار نیرو: 98 mN). سرعت سوراخ کردن (V_{drill}) معادله $V_{\text{drill}} = H/t$ محاسبه می شود. (H عمق سوراخ کردن، t زمان سوراخ کردن). آزمایش سوراخ کردن با استفاده از فشار اعمالی استاندارد 550 دور بر دقیقه انجام می شود. نمونه ها با اعمال یک نیروی معمولی مداوم با سوراخ کن 49 N تست می شوند. هر آزمایش تحت شرایط یکسان ۵ بار تکرار می شود [۹].

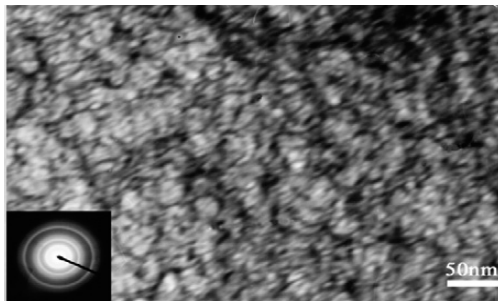
۳- نتایج و بحث

۳-۱- ریز ساختار و ترکیب فازی

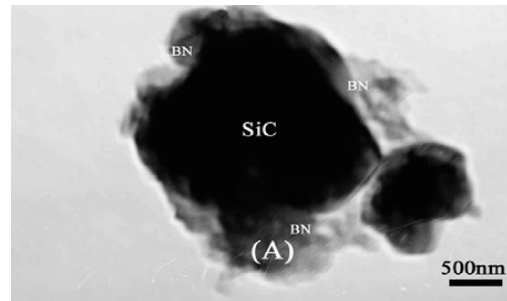
شکل ۱ (الف) الگوی XRD پودر SiC پوشش یافته با 20 درصد وزنی BN را بعد از عملیات حرارتی در دمای 850°C ، شکل ۱ (ب) نیز الگوی XRD کامپوزیت بعد از فرآیند PAS را در دمای 1700°C نشان می دهد. در شکل ۱ (الف) پیک های SiC و پیک های پهن و کم ارتفاع به وجود آمده از فاز آمورف BN/کریستال های BN (حدود 26°C) مشاهده می شود. این امر نشان دهنده تبدیل BN به h-BN بعد از زینترینگ PAS و تغییر کمک زینترها در مرز دانه SiC در اثر واکنش Al_2O_3

با (NaOH) نمونه‌های سرامیک α -SiC منولیتیک، نانوکامپوزیت‌های α -SiC و ۳۰ درصد وزنی BN، میکروکامپوزیت‌های α -SiC و ۳۰ درصد وزنی BN را نشان می‌دهد. مشاهده شده است که α -SiC منولیتیک اندازه دانه بزرگ‌تری دارد و نانوکامپوزیت‌ها ریزساختار ریزتری دارند. همان‌طور که

شکل ۲ (ب) پودرهای نانوکامپوزیت SiC/BN را با بزرگ‌نمایی بیشتر نشان می‌دهد. الگوی پراش سطح انتخابی (SAD) دانه‌های BN موجود در BN آمورف BN کریستال را نشان می‌دهد. این نتیجه با نتایج آنالیز مطابقت دارد. شکل ۳ تصاویر SEM قسمت‌های پولیش شده و اچ شده

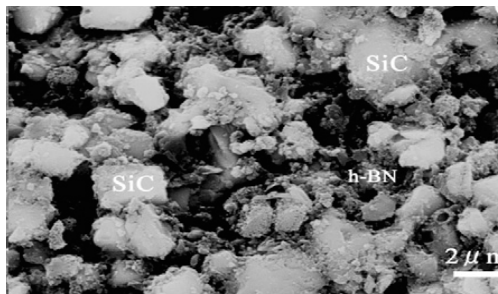


(ب)

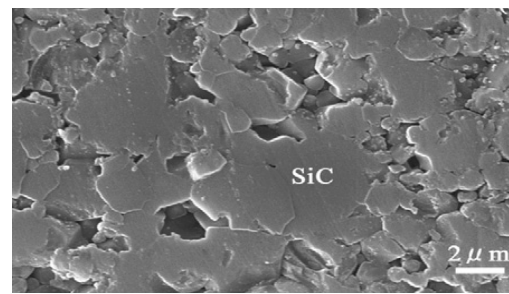


(الف)

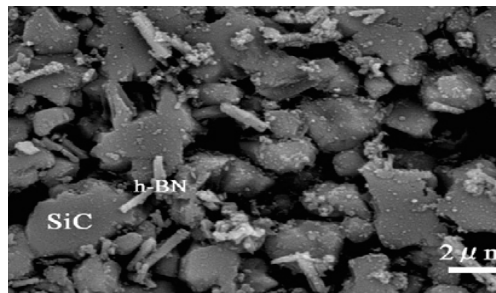
شکل ۲. تصاویر TEM پودر کامپوزیت SiC پوشش یافته با ۳۰ درصد وزنی BN. (الف) تصویر TEM پودر، (ب) بزرگ‌نمایی بیشتر منطقه (A) با الگوی SAD.



(ب)



(الف)



(ج)

شکل ۳. تصاویر SEM سطوح اچ شده کامپوزیت‌های SiC/BN، (الف) α -SiC منولیتیک، (ب) نانوکامپوزیت BN/۳۰-SiC و (ج) میکروکامپوزیت‌های BN/۳۰-SiC.

کاربید سیلیکون پخش می‌شوند؛ بنابراین مانع رشد دانه‌های کاربید سیلیکون می‌شوند و دانه‌ها به صورت ریز باقی می‌مانند.

$$\text{Hall-Petch} (\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2}) \quad \text{رابطه (۱)}$$

طبق این رابطه در دانه‌های کوچک‌تر استحکام شکست بیشتر است؛ بنابراین کاهش مقدار استحکام خمشی نانوکامپوزیت‌ها کمتر از میکرو کامپوزیت‌ها است.

طبق جدول ۱ سختی و یک‌ریز کم h-BN احتمالاً سبب کاهش سریع سختی نانوکامپوزیت‌های SiC/BN می‌شود. قابلیت ماشین‌کاری با ضریب شکنندگی B شناخته می‌شود که با نسبت سختی به تافنس به دست می‌آید [۱۰]. به دلیل تافنس شکست بالا و سختی کم نانوکامپوزیت‌های SiC/h-BN، مقدار B کم می‌شود که نشان‌دهنده قابلیت ماشین‌کاری بهتر این مواد است.

جدول ۱ همچنین سرعت سوراخ‌کردن ابزار ماشین‌کاری بر روی نمونه را نشان می‌دهد که با افزایش میزان h-BN بیشتر می‌شود. h-BN مانند گرافیت ساختار لایه‌ای دارد. ذرات

در شکل ۳ (ب) دیده می‌شود، ذرات نانو h-BN احاطه شده اطراف دانه‌های SiC، از رشد دانه زمینه SiC جلوگیری می‌کنند. در شکل ۳ (پ) دانه‌های بزرگتر h-BN در اطراف مرزدانه‌های SiC پخش شده‌اند.

۲-۳. خواص مکانیکی و قابلیت ماشین‌کاری

جدول ۱ اندازه دانسیته، استحکام خمشی، تافنس شکست، سختی و یک‌ریز میکرو و سرعت سوراخ‌شدن کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌ها است. همان‌گونه که ملاحظه می‌شود این اندازه‌ها با افزایش مقدار h-BN کاهش می‌یابند. از طرف دیگر کاهش مقدار تافنس شکست و استحکام خمشی نانوکامپوزیت‌ها نسبت به میکرو کامپوزیت‌ها کمتر است؛ اگرچه سختی و یک‌ریز به سرعت کم می‌شود. استحکام h-BN بسیار کم است؛ بنابراین استحکام خمشی کامپوزیت SiC/BN باید بسیار کاهش یابد. با وجود این در نانوکامپوزیت‌های SiC/h-BN هنگام زینت‌رنگ، نانوکریستال‌های h-BN به‌طور همگن اطراف دانه‌های زمینه

جدول ۱. اندازه دانسیته، استحکام خمشی، تافنس شکست، سختی و یک‌ریز و سرعت سوراخ‌کردن کاربید سیلیکون و میکرو کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های SiC/BN (M: میکرو کامپوزیت؛ N: نانوکامپوزیت).

SiC	SiC/۲۰/wt.BN		SiC/۲۰/wt.BN		SiC/۲۰/wt.BN		مشخصات
	M	N	M	N	M	N	
۳/۲۶	۳/۱۱۳	۳/۲۲۷	۳/۹۰۱	۲/۹۸۲	۲/۸۱۱	۲/۸۸۷	$\rho(\text{g/cm}^3)$
۸۵۳/۷	۵۵۰/۲	۷۶۵/۰	۳۴۰/۵	۶۹۳/۴	۳۸۷/۱	۵۶۰/۳	$\sigma(\text{MPa})$
۸/۳۴	۶/۵۳	۷/۱۴	۴/۷۲	۶/۲۳	۳/۰۴	۴/۶۱	$K_{IC}(\text{MPam}^{1/2})$
۲۶/۳۲	۱۶/۱۹	۱۵/۶۵	۸/۱۰	۷/۸۵	۳/۲۱	۴/۳۳	$H_v(\text{GPa})$
--	--	--	۵/۹	۸/۴	۷/۸	۱۰/۵	$V_{dri}(\text{mm/min})$

مراجع

1. Ohji, T., Hirano, T., Nakahira, A. and Niihara, K., "Particle/Matrix Interface and Its Role in Creep Inhibition in Alumina/Silicon Carbide Nanocomposites", *J. of Am. Ceram. Soc.*, Vol. 79 (1996) 33-45.
2. Nakahira, A. and Niihara, K., In: Sasaki, M. and Brandt R.C., (Eds.), *Fracture Mechanics of Ceramics*, Plenum, D.P.H. Hasselman, D. Munz (Series Eds.), New York Vol. 9 (1992) 165-178.
3. Niihara, K., "The Centennial Memorial", *J. of Ceram. Soc. Jpn.*, Vol. 99 (1991) 974-982.
4. Kusunos, T., Kim, Y. and Sekino, T., "Fabrication of Al₂O₃/BN Nanocomposites by Chemical Processing and Their Mechanical Properties", *J. Mater. Res.*, Vol. 20 No. 1 (2005) 183-190.
5. Li, Y.L. Qiao, G.J., Jin, Z.H., "Machinable Al₂O₃/BN Composite Ceramics with Strong Mechanical Properties", *J. of Mater. Res. Bull.*, Vol. 38 (2002) 1401-1409.
6. Kusunose, T., Sekino, T., Choa, Y. and Niihara, K., "Fabrication and Microstructure of Silicon Nitride/Boron Nitride Nanocomposites", *J. of Am. Ceram. Soc.*, Vol. 85 (2006) 2678-2688.
7. Jin, H.Y., Wang, W., Gao, J. Q., Qiao, G.J. and Jin, Z.H., "Study Of Machinable AlN/BN Ceramic Composites", *J. of Mater. Lett.*, Vol. 60 (2006) 190-193.
8. Wang, X., Qiao, G. and Jin, Z., "Fabrication of Machinable Silicon Carbide-Boron Nitride Ceramic Nanocomposites", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 87 (2004) 565-570.
9. Kusunos, T., Sekino, T., Choa, Y. and Niihara, K., "Machinability of Silicon Nitride/Boron Nitride Nanocomposites", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 85 (2002) 2689-2695.
10. Boccaccini, A.R., "Machinability and brittleness of glass-ceramics", *J. Mater. Process. Technol.*, Vol. 65 (1997) 302-304.

پوشش دهنده h-BN در زمینه SiC با نیروی برشی ناشی از ابزار ماشین کاری تغییر شکل می یابند. سپس از مرز زمینه SiC جدا می شوند که سبب شکسته شدن لایه های h-BN می شود. به همین دلیل این نانوکامپوزیت ها راحت تر ماشین کاری می شوند. در نانوکامپوزیت های SiC/h-BN نانوکریستال های h-BN به طور همگن اطراف دانه های زمینه قرار گرفته اند و همچنین گستردگی سطح مخصوص فاز ضعیف h-BN بیشتر است (یا گستردگی کل سطح فازهای ضعیف بیشتر است)؛ به همین دلیل قابلیت ماشین کاری نانوکامپوزیت ها به طور چشمگیری بیشتر از میکروکامپوزیت ها می شود.

۴- نتیجه گیری

پودر های نانو کامپوزیتی SiC/BN متشکل از ذرات میکرونی SiC و نانو ذرات BN با روش شیمیایی سنتز شده اند. با زینتر پلاسمای فعال، نانوکریستال های h-BN به طور همگن اطراف دانه های SiC در زمینه پخش می شوند. نانوکامپوزیت های SiC/h-BN هم سختی پایین تر و قابلیت ماشین کاری خوبی دارند، هم استحکام خمشی و تافنس بالاتر (۴/۶۹۳MPa و $6/23 \text{MPam}^{1/2}$).