

ALÜMİNA REFRAKTERLERDE SICAKLIK DEĞİŞİMLERİNE BAĞLI HASAR ANALİZİ

N. Sinan KÖKSAL¹, Mustafa TOPARLI², Onur MAVİŞ¹

¹Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Bölümü, 45140 Manisa, TÜRKİYE

²Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Bölümü, 35100 İzmir, TÜRKİYE

Özet: Üç farklı alümina refrakter malzeme, 300, 600 ve 900 °C sıcaklık farklarında, çevrim sayıları 1, 3 ve 5 olarak su ortamında soğutulmuştur. İşlemler sonucunda malzemelerin yapılarında ve özelliklerinde oluşan değişimler incelenmiştir. Mekanik özelliklerinde oluşan değişiklikler de üç nokta eğme deneyi ile belirlenmiştir. Termal gerilmeler, kenarlarda ve/veya tanelerin etrafında çatlaklar ortaya çıkarmıştır. İşlemler süresince malzeme yüzeylerinde oluşan değişimler de incelenmiştir. Çevrimlerle çatlaklarda birleşmeler başlamış ve/veya yayılmalar göstermiştir. Örneklerde oluşan hasar genellikle taneler arası olmakla birlikte taneleriçi kırılmalar da belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Alümina, termal şok, eğilme dayanımı, kırılma

DAMAGE ANALYSIS DEPENDING ON TEMPERATURE CHANGES IN ALUMINA REFRACTORIES

Abstract: Three different alumina refractory materials were investigated by quenching in the water at the temperature differences of 300, 600 and 900 °C and with cycles of 1, 3, or 5. The changes occurred in the structure and material properties have been investigated. Also, three point bending test was carried out to follow changes occurred in the mechanical properties. Thermal stresses have appeared as cracks in edges and/or intergranular. In cracks, initiations, bridging and/or propagations have increased with the increase in the number of cycles. Generally, damages occurred in the samples were intergranular however there also existed transgranular cracks.

Key Words: Alumina, Thermal shock, bending strength, fracture.

* Sorumlu yazar
sinan.koksal@bayar.edu.tr

1. GİRİŞ

Refrakter malzemelerin üretiminde ve kullanımda karşılaştığı sıcaklık değişimleri, malzemelerin yapısında çatlaklar veya mevcut çatlakların birleşmesi gibi değişiklikler oluşturur. Bu malzemelerin kullanımını sırasında karşılaştığı sıcaklık değişimlerinin, malzeme özelliklerini ne kadar etkilediği ve oluşan dayanım kaybının miktarı önemlidir. Yüksek sıcaklıklardaki uygulamalarda ideal bir malzeme olan seramikler hızlı sıcaklık değişimlerinde oluşan termal gerilmelere karşı ise zayıftır. Mekanik yüklerle birleşen termal gerilmelerin büyüklüğü malzemelerin taşıyabileceği gerilmeleri kabul edilemez düzeylere ulaştırabilir [1-4].

Refrakter tuğlaların bu sıcaklık değişimlerine karşı hasara uğramaması önemlidir. Bu hasar, tane atma ile oluşan ağırlık kaybı, çatlak oluşumu veya kırılarak olmaktadır. Refrakter malzemelerde sıcaklık değişimlerine dayanabilirliğinin ölçüsü termal şok dayanımıdır. Kullanım koşullarına göre mekanik ve termal özelliklerin optimum çözümüne ulaşmak için çalışmalar yapılmıştır [5-8]. Uygun sıcaklık farklarında kullanılan refrakter malzemelerin özelliklerini ve kullanım ömrü tahmin edilebilir. Buna göre de üretici ve kullanıcılar uygun malzeme seçimi yapabilir.

Yüksek alüminalı tuğlalar, Al_2O_3 içeriği % 45'den büyük olan $Al_2O_3-SiO_2$ bileşen grubudur. Çok amaçlı refrakterler olup 1817 °C'ye kadar olan sıcaklıklarda rahatlıkla kullanılabilirler. Refrakterlik özellikleri alümina içeriğine bağlı olarak değişkenlik gösterir. Yüksek mukavemet, sürünme ve yük dayanımları oldukça yüksek olan refrakterlerdir.

Refrakterlik özellikleri iyi, aşınmaya karşı dayanıklı, soğukta ve sıcakta yüksek basınca dayanıklı, asit esaslı cüruflara karşı düşük,

bazik esaslı cüruflara karşı yüksek direnç gösterirler. Elektrik ark ocağı kapağı ve duvarları, çimento ve cam ergitme fırınları alümina refrakterlerin kullanım alanlarıdır.

Çimento sektöründe kullanılan refrakter malzemeler; çimento fırınlarının ön ısıtıcı, döner fırın, kapak ve soğutucu kısımlarında kullanılır. Çimento sektöründe fırın tuğla örtüsü, sıcak fırın gazlarına ve klinkere ve soğuk pişme maddesine maruz kaldığından sürekli sıcaklık değişimleriyle karşılaşmaktadır. Kullanım koşullarına göre mekanik ve termal şok özelliklerinin optimum çözümüne ulaşmak için çalışmalar yapılmıştır.

Bu çalışmada, (ağırlık olarak) % 50, 60 ve 70 alümina içeren refrakter tuğlaların çalışma koşullarında sürekli olarak sıcaklık değişimleri ile karşılaştığında malzemelerde oluşabilecek mekanik ve yapısal değişimler araştırılmıştır. 300, 600 ve 900 °C sıcaklık farklarında, su ortamında soğutularak termal çevrimler uygulanmıştır. Örneklerin mekanik özellikleri ve malzeme yapılarında oluşan kalıcı değişimler grafiklerle ve yüzey görüntüleri ile incelenmiştir.

2. MALZEME VE YÖNTEM

Yüksek alüminalı ticari ürün tuğlalardan alümina (Al_2O_3) oranı esas alınarak üç farklı örnek seçilmiştir. Deneylerde kullanılan örneklerin bileşimleri ve bazı fiziksel özellikleri Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Örneklerin kimyasal bileşimleri (% ağırlık) ve bazı fiziksel özellikleri.

Örnek	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Hacim Ağırlık (Mgr/m ³)	Görünür Porozite (%)
A	50	40	1,6	1,8	0,5	0,5	2,35	19
B	60	30	2,9	2,1	0,5	0,3	2,45	20
C	70	20	3,1	2,0	0,5	0,3	2,62	20

Deney örnekleri, 230x114x64 mm boyutlarındaki ticari ürün refrakter tuğlalardan 20x20x150 mm boyutlarında üç nokta eğme deneyi standartlarına uygun olarak hazırlanmıştır [9, 10]. Termal çevrim uygulanacak sıcaklık farkları 300, 600 ve 900 °C seçilmiş ve her bir sıcaklık aralığı ve çevrim sayısı için her gruptan beş adet örnek hazırlanmıştır.

Termal şok çevrimi için belirlenen sıcaklıklarda 30 dakika fırında bekletilen örnekler, fırından çıkarılıp hemen ortam sıcaklığındaki suya atılarak soğutulmuştur. Su içerisinde 3 dakika bekleyerek tamamen soğuyan örnekler daha sonra 110 °C’ de fırında 10 dakika bekletilerek tamamen kuruması sağlanmıştır. Böylece belirtilen sıcaklık farkında bir çevrim yapılmış olur. Örnekler sıcaklık farkları 300, 600, ve 900 °C için 1, 3 ve 5 defa termal çevrim uygulanmıştır.

Malzemelerin sıcaklık farkı ve çevrim sayılarına bağlı eğilme dayanımı değerlerini ve bu değerlerdeki değişimi saptamak için üç nokta eğme deneyi yapılmıştır. Belirtilen sıcaklıklarda termal çevrimler yapılarak hazırlanan örneklerin üç nokta eğme deneyi, Shimadzu AG 100 kN cihazında destekler arası açıklık (L) = 120 mm ve makine basma hızı 2 mm/dakika ile yapılmıştır. Örnek kırılana veya makine durana kadar belirtilen

koşullarda deney yapılmış ve örneklerin kırılma kuvveti değeri (F) bulunmuştur. Herhangi bir termal işlem yapılmadan belirtilen boyutlardaki örnekler de üç nokta eğme deneyi uygulanmıştır.

Buradan da örneklerin eğilme dayanımı (σ) değerleri;

$$\sigma = 1,5 FL / bh^2 \quad (1)$$

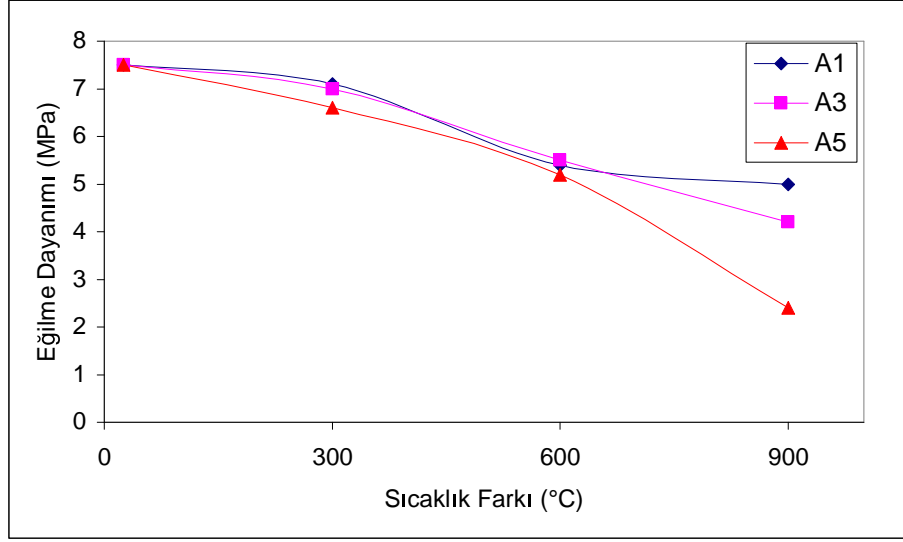
formülü ile hesaplanmıştır. Örneklerin elastisite modülü (E) değerleri;

$$E = L^3 m / (4bh^3) \quad (2)$$

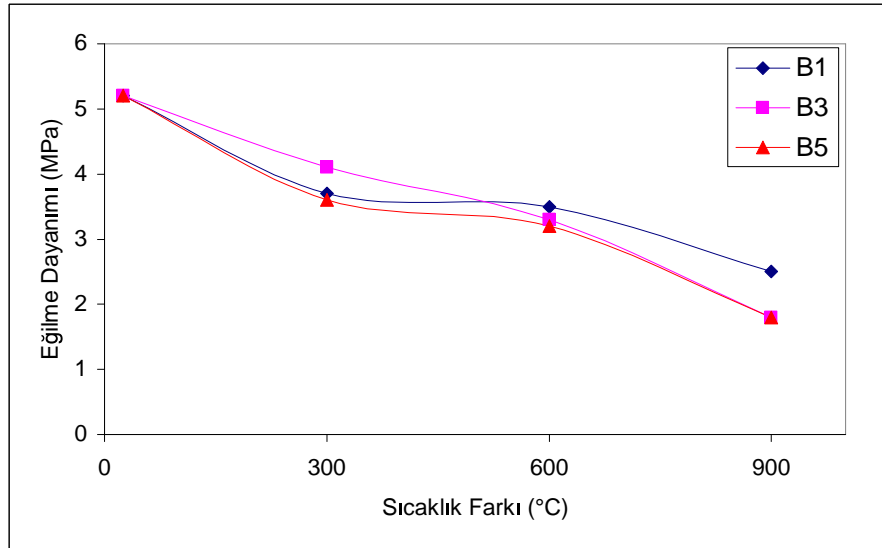
üç nokta eğme deneyinden elde edilen, yük-uzama (F- Δx) eğrilerinden, m=eğrinin başlangıç bölgesi eğim değeri, b=genişlik, h=kalınlık olmak üzere, basma cihazının makine hassasiyeti de dikkate alınarak hesaplanmıştır [10].

3. DENEY SONUÇLARI

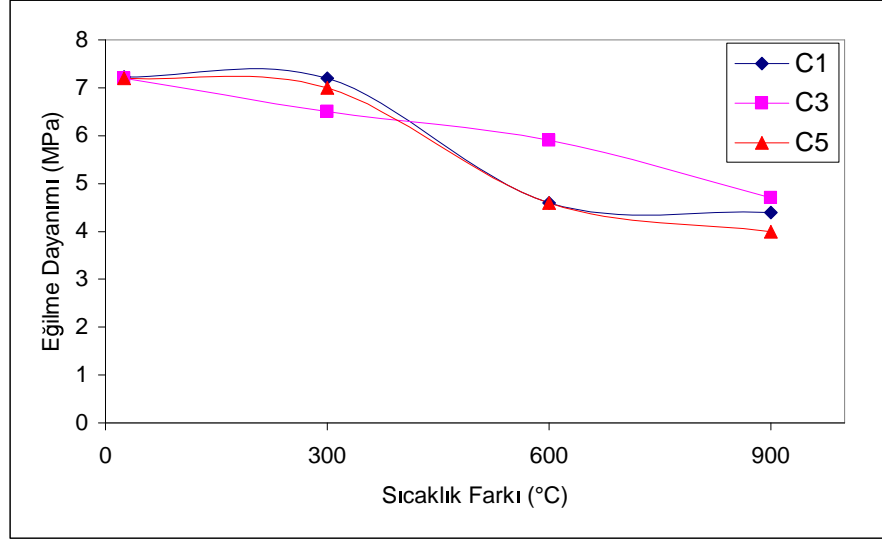
Kimyasal yapılarına göre farklı olan üç grup örnekler, belirlenen sıcaklık farklarında üç farklı çevrim uygulanarak örnekler hazırlanmıştır (A1, A3, A5; B1, B3, B5; C1, C3 ve C5). Oda sıcaklığında yapılan üç nokta eğme deneyinde hazırlanan örneklerin eğilme dayanımı değerleri elde edilmiştir. Termal işlem yapılmamış örneklerle çevrim sayıları; 1, 3 ve 5 olarak işlem gören üç farklı (A, B ve C) örneklerin çevrim uygulanan sıcaklık farklarına (ΔT) bağlı değişimi Şekil 1-3’te verilmiştir.



Şekil 1. Örnek A için çevrim sayıları ve sıcaklık farkına bağlı eğilme dayanımının değişimi.



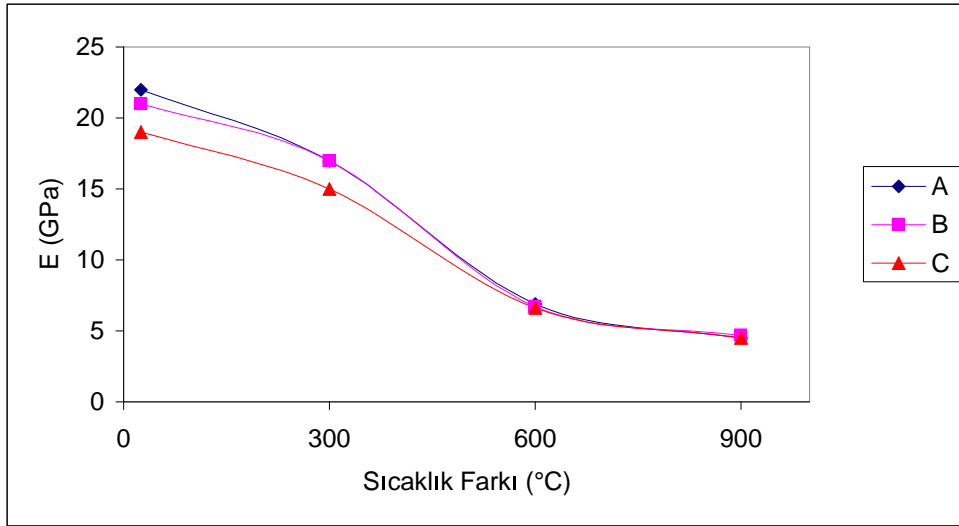
Şekil 2. Örnek B için çevrim sayıları ve sıcaklık farkına bağlı eğilme dayanımının değişimi.



Şekil 3. Örnek C için çevrim sayıları ve sıcaklık farkına bağlı eğilme dayanımının değişimi.

Üç nokta eğme deneyi uygulamaları sonucunda bulunan $F-\Delta x$ değerlerinden

hesaplanan elastisite modülü (E) değerlerinin sıcaklık farklarına göre değişimi Şekil 4'teki grafiklerle verilmiştir.



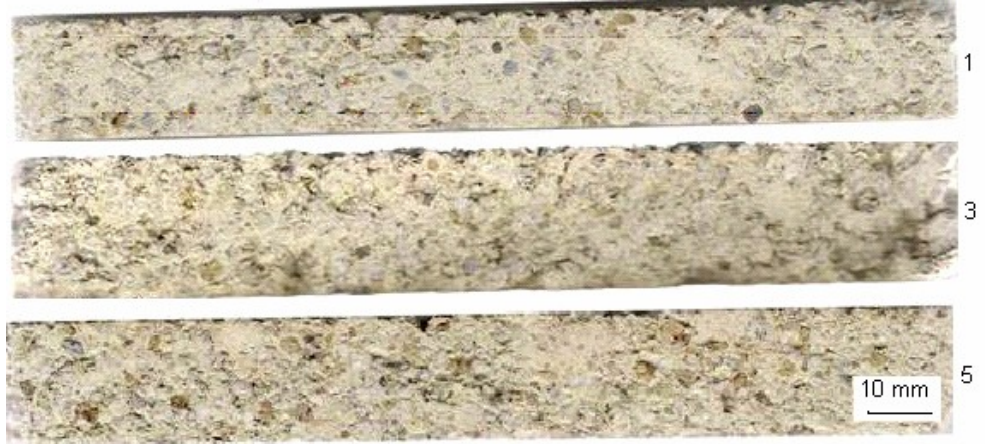
Şekil 4. Örneklerin elastisite modülünün (E) sıcaklık farkına bağlı değişimi.

Termal şok işlemi uygulanan örneklerde tane dökülmesi, yüzeylerde veya iç bölgelerde çatlak oluşumu gibi etkileri görmek için her çevrim sonrası yüzey resimleri alınmıştır.

Deneylerde kullanılan örneklerin termal şok işlemi sonrası bazı görüntüleri Şekil 5- Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 5. A Örneğinin 900 °C' de 1, 3 ve 5 termal çevrimden sonraki görüntüsü.



Şekil 6. B örneğinin 900 °C' de 1, 3 ve 5 termal çevrimden sonraki görüntüsü.



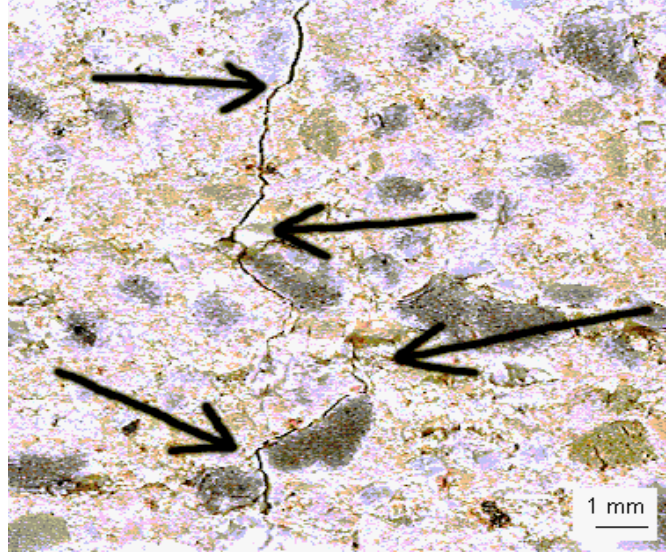
Şekil 7. C örneğinin 900 °C' de 1, 3 ve 5 termal çevrimden sonraki görüntüsü.

Çatlak oluşumu, yapıdaki tane kaybı şeklinde oluşan boşluklarda veya kenarlarda oluşmaktadır. Termal çevrimlerle malzeme iç

kısımlarına doğru ilerleyerek hasara neden olmaktadır. Termal işlem gören örneklerde taneler arası kırılma çoğunlukla

görülmektedir. Üç nokta eğme deneyi sonrası yüzeyleri incelendiğinde çatlak, tanelerin çevresinden dolaşarak kırılmaya sebep

olmuştur. Şekil 8'de çatlak ilerleme doğrultusu görülmektedir.



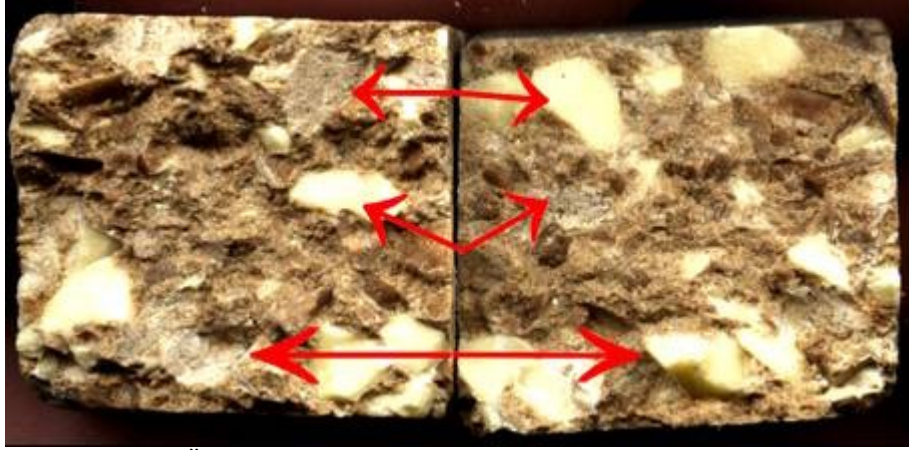
Şekil 8. Örnek B'de oluşan çatlaklar ve yayılması

Eğme deneyi sonrası kırılma yüzeyi görüntülerinde, tanelerin dökülmesi, tane içi

kırılma da görülmektedir (Şekil 9).



Şekil 9. Örnek A'nın eğme deneyi sonrası karşılıklı kırılma yüzeyleri.



Şekil 10. Örnek B'nin eğme deneyi sonrası karşılıklı kırılma yüzeyleri.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

1. Kimyasal içeriği % 50, 60 ve 70 olan alüminalı refrakter malzemeler, değişik sıcaklık farklarında termal şok uygulanarak eğilme dayanımı, elastisite modülü değişimleri ve malzemenin yapısında çatlak ve hasar oluşumu araştırılmıştır.

2. Termal şok uygulanan % 50, 60 ve 70 alüminalı refrakter malzemelerin eğilme dayanımı değerleri grafiklerinde, işlem görmemiş örneklere göre bu değerlerin uygulanan sıcaklık farkı ve çevrim sayısı arttıkça azaldığı elde edilmiştir.

3. Her çevrim sonrası alınan yüzey resimlerinde tane dökülmesi ve çatlak oluşumu şeklinde hasarlar oluştuğu gözlenmiştir. Dökülen tane miktarı ve yüzeylerde görülen çatlak sayısı, sıcaklık farkı ve çevrim sayısı artışı ile daha fazla olmuştur. Oluşan bu çatlaklar bazen termal çevrimlerle oluşan çatlakların ilerlemesini engelleyici etki etmektedir. Elde edilen mekanik özelliklerin sıcaklık farkına bağlı değişim grafiklerinde bu durum görülmektedir.

4. Kırılma başlangıcı olan çatlaklar malzemelerin üretimin aşamasında da oluşmaktadır. Sıcaklık değişimlerine bağlı olarak çatlaklar çoğunlukla yüzeyde ve

kenarlarda oluşmasına rağmen yapı içerisinde de ortaya çıkar ve mevcut çatlaklarla birleşerek hasara neden olmaktadır. Bazı durumlarda ise yüzeysel olarak oluşan bu çatlakların malzemenin eğilme dayanımı değerlerine çok fazla etki etmediği belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Husovic T, Jancic R, Cvetkovic M, Mitrovic M, and Popovic Z., "Thermal shock behavior of based refractories: fracture resistance parameters and water quench test" *Materials Letters* Vol. 38, 372-378 (1999).

2. Son K, and Goo K., "Thermal shock behaviour of Al₂O₃-SiC composites made by directed melt oxidation of al-alloy", *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 16(9), 772-775 (1997).

3. Tomba A. G. and Cavalieri A. L., "Alumina disks with different surface finish: thermal shock behavior", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol 20 (7), 889-893 (2000).

4. Köksal N.S, "Refrakter Malzemelerin Termal Şok Dayanımının Kırılma Mekanizması Açısından İncelenmesi", Doktora Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa, 40-45 (2004).

5. Collin M, Rowcliffed D., "Analysis and prediction of thermal shock in brittle materials", *Acta Material* Vol. 48, 1655-1665 (2000).

6. Lanin A.G, Tkachev A.L., “Numerical method of thermal shock resistance estimation by quenching of samples in water”, *Journal of Materials Science*, Vol. 35, 2353-2359 (2000)

7. Shevchenko A.V., Ruban K, and Dudnik V., “Highly-workable alumina-base ceramics”, *Refractories and Industrial Ceramics*, Vol. 41, 9-10 (2000).

8. Wang, L J, Shi L, Chen H.R, Hua Z, Yen T., “Effect of size of the starting powders on the thermal shock resistance of alumina ceramics”, *J. Mater. Sci. Lett.*, 20, 341-342 (2001).

9. TS 4401, Refrakter Tuğlaların suda soğutma metodu ile termal şoka dayanımının tayini, Ankara (1985).

10. ASTM C1161-90, Standard test methods for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature, *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 15.01, 327 (1991)