



ALÜMİNA ESASLI REFRAKTER TUĞLALARIN ISIL ŞOK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

N. Sinan KÖKSAL, B. Sadık ÜNLÜ, Cevdet MERİÇ

Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Muradiye-Manisa

Geliş Tarihi : 31.10.2002

ÖZET

Endüstride kullanılan refrakter tuğlaların mekanik ve ısıl özelliklerini bilmek, kullanım koşullarına uygunluğunu saptamak açısından önemlidir. Bu çalışmada, demir-çelik sektöründe kullanılan, % 45 ve % 80 alümina (Al_2O_3) içeren refrakter tuğlalar kullanıldı. Örneklerin ısıl şok davranışını ve mekanik özelliklerini saptamak için; 500, 700, 900 ve 1000 °C sıcaklık farklarında, su ortamında soğutulularak ısıl şok deneyi uygulandı. Malzeme yapılarında oluşan değişimleri saptamak için üç nokta eğme deneyi yapıldı. Kritik sıcaklık aralığı, kırılma modülü (MOR), elastisite modülü değişimleri (E) ve ısıl şok değişkenlerinden; çatlak oluşumuna karşı direnç (R) ve çatlak ilerlemesine karşı direnç (R'''') hesaplandı. Isıl işlemsiz tuğlaların da, oda sıcaklığında aynı özellikleri incelenmiş ve sonuçlar karşılaştırıldı. Malzemelerin kritik sıcaklık aralığı 600 °C civarı bulundu. Çatlak oluşumu kenarlardan, tanelerin dökülmesi ile ortaya çıkan bölgelerden veya tanelerin etrafında oluşan mikroçatlaklardan başlamış ve bu çatlakların birbirine bağlanması ile hasar oluşmuştur.

Anahtar Kelimeler : Alümina, Isıl şok, Kırılma modülü, R ve R''''

INVESTIGATION OF THERMAL SHOCK BEHAVIOUR IN ALUMINA BASED REFRACTORY BRICKS

ABSTRACT

Understanding of mechanical and thermal properties of refractory bricks used in industry is an important aspect to determine appropriate operating conditions. In this study, commercial refractory materials used in the sector of iron steel 45 % and 80 % alumina (Al_2O_3) of content refractory bricks were investigated. To determinate thermal shock behavior and mechanical properties of samples, thermal shock tests were applied by quenching in the water at the temperature differences of 500, 700, 900 and 1000 °C. Three point bending test was examined for changes occurred in the microstructure of materials. The critical temperature difference, modulus of rupture (MOR), changes of elastic modulus (E), thermal shock parameters such as resistance to crack initiation (R) and resistance to crack propagation (R'''') were calculated. Not with thermal treatment samples was examined same properties in the room temperature and to compare results of tests. The critical temperature difference of materials was found to be about 600 °C. Crack start from samples of edges, space of spilling grains and microcracks occurred around grains and they cause a damage by connecting to each other.

Key Words : Alumina, Thermal shock, Modulus of rupture, R and R''''

1. GİRİŞ

Dökümhanelerdeki ocaklarda, ısıtım işlem fırınlarında, termik santral kazanlarında vb. birçok alanda refrakter malzeme kullanılmaktadır. Demir çelik endüstrisinde hızla artan gelişmeyle beraber refrakter malzeme kullanımı da hem yaygınlaşmış, hem de çeşitlenmiştir. Birçok uygulama alanı olan bu tuğlalar işletmenin verimli ve sürekli çalışması için; kullanım yerine ve çalışma şartlarına uygun olması gerekmektedir. Çalışma ortamına uygun tuğla kullanılmaması durumunda, işletmelerde beklenmedik hasarlar, üretim ve işgücü kaybı ortaya çıkacaktır.

Yüksek alüminalı tuğlalar, Al_2O_3 içeriği % 45'den büyük olan $Al_2O_3-SiO_2$ bileşen grubudur. Refrakterlik özellikleri iyi, aşınmaya karşı dayanıklı, soğukta ve sıcakta yüksek basınca dayanıklı, asit esaslı cürüflara karşı düşük, bazik esaslı cürüflara karşı yüksek direnç gösterirler. Elektrik ark ocağı kapağı ve duvarları, çimento ve cam ergitme fırınları alümina refrakterlerin kullanım alanlarıdır.

Yüksek sıcaklıklardaki uygulamalarda ideal bir malzeme olan seramikler hızlı sıcaklık değişimlerinde oluşan ısıtım gerilmelere karşı ise zayıftır. Mekanik yüklerle birleşen ısıtım gerilmelerin büyüklüğü malzemelerin taşıyabileceği gerilmeleri kabul edilemez düzeylere ulaştırabilir. Seramiklerin ısıtım gerilme hassasiyeti genellikle su verme yöntemiyle, kritik sıcaklık farkının ölçülmesiyle veya kırılma enerjisi değişimleri kullanılarak hesaplanabilir (Husovic et al. 1999, Collin and Rowcliffed, 2000).

Refrakterlerin kullanımında en fazla ısıtım şok hasarı ile karşılaşılır. Ani ısıtım değişimlerine karşı malzemenin hasara uğramadan ve ağırlık kaybına neden olmadan dayanmasına o malzemenin ısıtım şok direnci adı verilir. Gevrek seramik malzemelerin ısıtım şok direnç faktörlerini tanımlamak için birçok çalışma yapılmıştır. (Nakayama and Ishizuka, 1966; Bradt, 1987). Bunlar: ısıtım şok kırılma direnç faktörü ve ısıtım şok hasar direnç faktörünün belirlenmesi olarak iki grupta toplanabilir. ısıtım şok kırılma direnç faktörü çalışmalarında, hasarın oluşumunun başlangıç nedeni, malzeme özelliklerinden kaynaklandığını gösteren birçok çalışma vardır. ısıtım şok hasar direnç faktörleri ise, Hasselman'ın

çalışmalarında ısıtım şok ile başlayan çatlakların yayılmasının derecesini gösterir (Hasselman, 1969; Wang et al., 1992; Shevchenko et al., 2000).

Refrakter malzemeler için, Hasselman değişkenlerinden olan, R ve R'' refrakterlerin ısıtım şoka dayanımının bir ölçüsüdür.

$$R = \sigma (1-v) / E \alpha \quad (1)$$

R = ısıtım gerilmelerden dolayı çatlakların başlamasına karşı direnç ($^{\circ}C$)

$$R'' = E / (1-v) \sigma^2 \quad (2)$$

R'' = Yüksek sıcaklık farklarından dolayı oluşan ısıtım şoklar nedeniyle çatlakların ilerlemesine direnç (1/MPa)

Refrakter tuğlaların mekanik özelliklerini belirlemede, tane boyutu ve üretim koşulları önemli bir etken olmaktadır. Kullanım koşullarına göre mekanik ve ısıtım şok özelliklerinin optimum çözümüne ulaşmak için çalışmalar yapılmıştır (Wang et al., 1992)

Refrakter malzemelerde ısıtım şok durumunda kırılma modülü değerinde % 30 azalmaya veya % 60'a kadar ağırlık kaybına izin verilmektedir. Bu değerlerden sonra ise malzeme artık kullanılmaz olmaktadır (Anon., 1985; 1991).

Bu çalışmada, % 45 ve % 80 alümina içeren refrakter tuğlaların ısıtım şok davranışını saptamak için; 500, 700, 900 ve 1000 $^{\circ}C$ sıcaklık farklarında, su ortamında soğutulmuş ısıtım şok deneyi uygulanmıştır. Örneklerin mekanik özellikleri ve malzeme yapılarında oluşan değişimler incelenmiştir.

2. MALZEME VE YÖNTEM

ısıtım şok direnci yüksek alüminalı refrakter tuğlalardan, Al_2O_3 oranı % 45 ve % 80 olan iki farklı ticari ürün alınmıştır. Deneylerde kullanılan örneklerin bileşimleri ve bazı fiziksel özellikleri Tablo1'de verilmiştir.

Tablo 1. Örneklerin Bileşimleri (% ağırlık) ve Bazı Fiziksel Özellikleri

Al_2O_3	SiO_2	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	Hacim Ağırlık (gr/cm^3)	Görünür Porozite (%)
80	11	3.3	1.7	0.3	0.3	2.71	21
45	46	1.8	1.6	0.3	0.2	2.32	20

Deney örnekleri, 230 x 114 x 64 mm³ boyutlarındaki ticari ürün refrakter tuğlalardan 15 x 15 x 100 mm³ boyutlarında üç nokta eğme deneyine uygun olarak hazırlanmıştır. Isıl şok deneyi için ısıtma sıcaklık farkları 500, 700, 900 ve 1000 °C seçilmiş ve her bir sıcaklık aralığı için beş adet örnek hazırlanmıştır.

Isıl 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 ısıtma çevrimi yapılmış olur. Örneklerin mekanik özelliklerini saptamak için her grup için, 500, 700, 900 ve 1000 °C sıcaklık farklarında 5 çevrim uygulanmıştır.

Malzemelerin kırılma modülü değerlerini ve bu değerlerdeki değişimi saptamak için üç nokta eğme deneyi yapılmıştır. Belirtilen sıcaklıklarda ısıtma çevrimleri yapılarak hazırlanan örneklerin üç nokta eğme deneyi, destekler arası açıklık (L) = 80 mm ve makine basma hızı 0.2 mm/dakika ile Shimadzu AG 50 kN cihazında oda sıcaklığında yapılmıştır. Örnek kırılana veya makine durana kadar belirtilen koşullarda deney yapılmış ve örneklerin kırılma kuvveti değeri (F_{max}) bulunmuştur. Buradan da örneklerin kırılma modülü değerleri (Modulus of Rupture =MOR);

$$\sigma = 1.5 F L / b h^2 \quad (3)$$

formülü ile hesaplanmıştır.

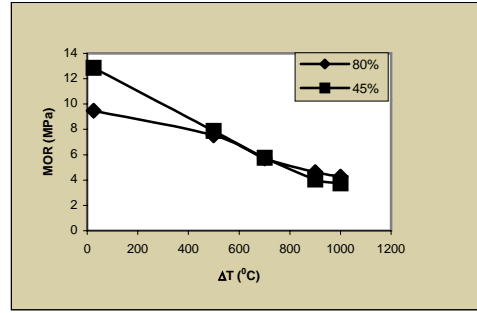
Örneklerin elastisite modülü (E) değerleri;

$$E=L^3 m / (4 b h^3) \quad (4)$$

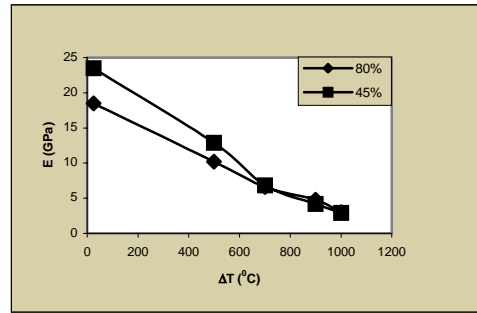
üç nokta eğme deneyinden elde edilen, yük-uzama (F-Δx) eğrilerinden, m =eğrinin başlangıç bölgesi eğim değeri, b =genişlik h =kalınlık olmak üzere, basma cihazının makine hassasiyeti de dikkate alınarak hesaplanmıştır (Anon., 1985; 1991).

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

Üç nokta eğme deneyi sonucunda bulunan F değerlerinden hesaplanan kırılma modülü (MOR) ve elastisite modülü (E) değerlerinin sıcaklık farklarına (ΔT) göre değişimi Şekil 1 ve Şekil 2'deki grafiklerle verilmiştir.

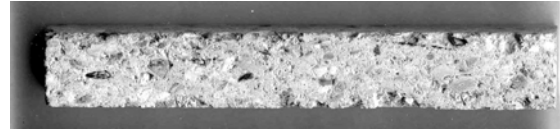


Şekil 1. Örneklerin kırılma modülünün (MOR) sıcaklık farkına (ΔT) bağlı olarak değişimi

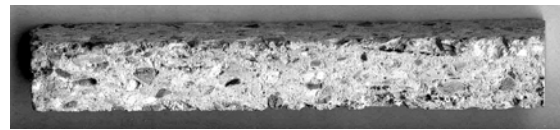


Şekil 2. Örneklerin elastisite modülünün (E) sıcaklık farkına (ΔT) bağlı olarak değişimi

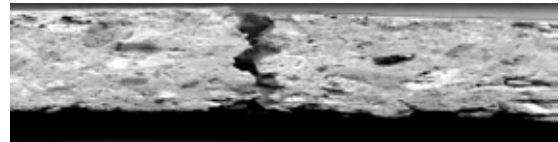
Deneylerde kullanılan örneklerin ısıtma şok işlemi ve üç nokta eğme deneyi yapılmadan önceki ve sonraki görüntüleri Şekil 3, 4, 5, 6, 7 ve 8'de gösterilmiştir.



Şekil 3. % 80 Alümina içeren örneğin ısıtma şok işlemi önceki görüntüsü (ölçek : 1 x 1)



Şekil 4. % 80 Alümina içeren örneğin 1000 (°C)'de 5 ısıtma şok işlemi sonraki görüntüsü (ölçek : 1 x 1)



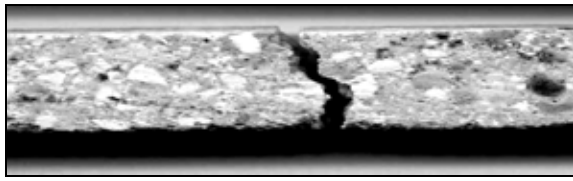
Şekil 5. % 80 Alümina içeren örneğin üç nokta eğme deneyinde kırılma bölgesi görüntüsü (ölçek: 1x1)



Şekil 6. % 45 Alümina içeren örneğin ısı çevriminden önceki görüntüsü (Ölçek : 1 x 1).



Şekil 7. % 45 Alümina içeren örneğin 1000 (°C)'de 5 ısı çevriminden sonraki görüntüsü (Ölçek : 1 x 1)



Şekil 8. % 45 Alümina içeren örneğin üç nokta eğme deneyinde kırılma bölgesi görüntüsü (Ölçek : 1 x 1)

% 80 alümina içeren tuğla yapının daha homojen olması nedeniyle, kırılma deneyi sonucunda yalın duruma göre ve % 45 alümina içeren tuğlaya göre fazla değişim göstermemiştir. Kırılma yüzeyine bakıldığında ise kırılma şekli taneler arası kırılma olarak görülmüştür. Isıl çevrimlerde oluşması olası malzeme kaybının az olduğu, her çevrim ve kurutma sonrası hassas terazi ile ağırlık kaybının ölçümü ile görülmüştür. Isıl şoklar sonucunda oluşan çatlakların ise, örneklerin kenarlarından başlayıp merkeze doğru ilerlediği görülmüştür.

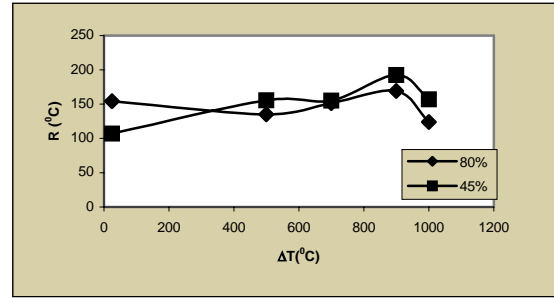
% 45 alüminalı tuğla ise yalın hale göre kırılma modülünde belirgin bir azalma görülmektedir. Isıl çevrimlerde malzeme kaybı daha belirgindir. Çatlak oluşumu, parçacık kaybı şeklinde oluşan boşluklarda veya kenarlarda oluşmakta ve ısı çevrimlerle merkeze doğru ilerleyerek hasara neden olmaktadır. Kırılma yüzeyi incelendiğinde ise taneler içi kırılma da görülmektedir.

4. ÇATLAK OLUŞUMUNA DİRENÇ (R), ÇATLAK İLERLEMESİNE DİRENÇ (R'') HESABI

Örneklerin deneylerden bulunan, kırılma modülü (MOR), elastisite modülü (E) ve literatürden alınan ısı genleşme katsayısı (α), poisson oranı (ν) değerleri yardımıyla Hasselman kriterlerinden, çatlak oluşumuna direnç (R) değerleri hesaplanır.

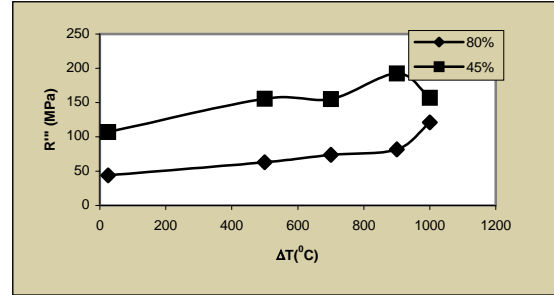
Üç nokta eğme testi mukavemet değeri (σ veya MOR) $\sigma = 1.5 F L / b h^2$ ile hesaplanmıştır. Örneklerde alümina için $\alpha = 8.8 \cdot 10^{-6}$ ($1/^\circ\text{C}$) değerleri literatürden alınmıştır. Alümina esaslı refrakter malzemeler için $\nu = 0.26$ 'dır (Morell, 1985).

Elastisite modülü (E), Poisson oranı (ν), Isıl genleşme katsayısı (α) değerleri bilindiğine göre, $R = \sigma (1-\nu) / E \alpha$ formülünden örneklerin R değerleri hesaplanmış olup, sıcaklık farkına bağlı olarak değişimleri Şekil 9'da gösterilmiştir.



Şekil 9. Örneklerin R değerinin sıcaklık farkına (ΔT) bağlı olarak değişimi

Refrakter malzemelerin çatlama karşı direnç değeri (R'') ise; $R'' = E / (1-\nu) \sigma^2$ ile hesaplanır. Örnekler için R'' değerlerinin sıcaklık farkına bağlı olarak değişimi Şekil 10'da gösterilmiştir.



Şekil 10. Örneklerin R'' değerinin sıcaklık farkına (ΔT) bağlı olarak değişimi

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

1. Isıl şok uygulanan % 45 ve % 80 alümina refrakter malzemelerin kırılma modülü (MOR) ve elastisite modülü (E) değerlerinde işlem görmemiş yalın duruma göre önemli miktarda azalma saptanmıştır.
2. Kırılma modülü-sıcaklık farkı eğrilerinin eğimi incelenerek her iki malzemenin kritik

sıcaklık farkı aralığı ortalama 600 °C olarak elde edilmiştir.

3. Elastisite modülü değerleri ise başlangıç değerine göre 1-1.5 kat azalma göstermiştir ve çevrim sıcaklığı arttıkça E değeri daha da azalmıştır.
4. Malzemelerin R değerinde değişim çatlama karşı direnci ifade ettiğine göre, yalın halde % 80 alüminalı malzeme daha dirençlidir. Ancak ısıl işlem gören malzemelerde % 45 alüminalı malzemenin R değeri daha fazla olduğu yani çatlak başlamasına karşı daha dirençli olduğu görülmektedir. 900 °C'ye kadar malzemelerin R değeri artmış daha sonra azalmaya başlamıştır.
5. Malzemelerdeki farklı oranlardaki bileşimler ve bunlar arasındaki üretimden veya ısıl işlemlerle oluşan boşluklar nedeniyle çatlakların ilerlemesine karşı direnç yani R'''' değerleri her iki örnek için de yalın hale göre daha dirençli olmaktadır. Isıl çevrimlerle oluşan taneler civarında mikro çatlaklar çatlakların ilerlemesini engelleyici etki etmektedir. 1000 °C'de yapılan deneylerde % 45 alüminalı malzemeler için R'''' değeri azalırken % 80 alüminalı malzemenin ise R'''' değeri artmıştır.

6. KAYNAKLAR

Anonim, 1985. TS 4401 "Refrakter Tuğlaların Suda Soğutma Metodu İle Isıl Şoka Dayanımının Tayini" Ankara 1985.

Anonim, 1991. ASTM C1161-90. Standart Test Methods for Flexural Strength of Advanced

Ceramics at Ambient Temperature, Annual Book of ASTM Standarts, Vol. 15.01, 327.

Bradt, R. C. 1987. Fracture Testing of Refractories, Past, Present and Future. **In Proc. 2nd International Conf. On Refractories 87** Tokyo Volume 1, 61-68.

Collin, M., Rowcliffed, D. 2000. Analysis and Prediction of Thermal Shock in Brittle Materials. Acta Material Vol. 48. 1655-1665.

Hasselmann, D. P. H. 1969. Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics J.American Soc., Volume 52 Issue 11, 600-604.

Husovic, T., Jancic, R, Cvetkovic, M, Mitrakovic, M. and Popovic, Z. 1999. Thermal Shock Behavior of Based Refractories: Fracture Resistance Parameters and Water Quench Test. Materials Letters Vol. 38 372-378.

Morell, R. 1985. Handbook of Properties of Technical and Engineering Ceramics, HMSO London.

Nakayama, J, Ishizuka, M. 1966. Experimental Evidence for Thermal Shock Damage Resistance. Ceramic Bulletin Vol. 45, No:7, 666-669.

Shevchenko, A.V., Ruban, K and Dudnik, V. 2000. Highly-Workable Alumina-base Ceramics" Refractories and Industrial Ceramics. Vol. 41, Nos. 9 – 10.

Wang, J., Zheng, X. H, and Stevens, R. 1992. Fabrication and Microstructure-Mechanical Property Relationships in Ce – TZP, J. Mater. Sci. Lett., 27 (19), 5348 – 5356.