

Doç. Dr. Suat **Yılmaz**

İstanbul Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul

Assoc. Prof. Dr. Suat **Yılmaz**

Istanbul University Faculty of Engineering Department of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul

Porselenin Sürünme Davranışının Modellenmesi

Modeling of Creep Behavior of Porcelain

Özet

Mühendislik modelleme tekniklerinden birisi olan Sonlu Elemanlar Yöntemi (SEY), sunduğu efektif çözümler ile araştırmacıların önemli araçlarından birisi haline gelmiştir. Sonlu elemanlar paket yazılımı olan ANSYS, çeşitli sürünme modellerine dayalı kapsamlı analiz modülüne sahip bir yazılımdır. Bu çalışmada; bir porselen tabağın ~1300 °C'deki sır pişirim sıcaklığındaki sürünme davranışı, SE-Analizi ile incelenmiştir. Önce sürünme deneyleri yapılmış ve elde edilen deneysel sonuçlar, lineer olmayan Arrhenius Denklemine uygulanarak, porselen massesinin sürünme parametreleri hesaplanmıştır. Daha sonra, tabağın bir yanı dikkate alınarak 2D geometrik- ve SE-modeli oluşturulmuştur. Gerekli sınır koşullarının tanımlanmasının ardından zaman bağlı analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar, porselen tabak massesinin tepe pişirme sıcaklığında, yapısındaki sıvı fazın artması nedeniyle kendi ağırlığı altında yaşadığı sürünme sonucu meydana gelen kalıcı deformasyonun yönünü, büyüklüğünü ve dağılımını vermektedir.

Anahtar kelimeler

Sert Porselen, sürünme SE-Sürünme Analizi

Abstract

The Finite Elements Method (FEM), one of the engineering modeling techniques, has become one of the important tools of researches with the effective solutions it offers. ANSYS, which is a finite elements package software, is a software with a comprehensive analysis module based on various creep models. In this study, the creep behavior of a porcelain plate at the firing temperature of ~1300 °C was analyzed by FE-Analysis. First, creep tests were conducted and the creep parameters of the porcelain body were calculated by applying the derived experimental results to non-linear Arrhenius Equation. Afterwards, 2D geometrical- and FE-model was formed, taking into account one side of the plate. After definition of the required boundary conditions, transient analyses were performed. The derived results give the direction, magnitude and distribution of the permanent deformation which occurs as a result of the creep undergone by the porcelain plate body under its own weight at peak firing temperature due to the increase in the liquid phase in its composition.

Keywords

Hard Porcelain, creep FE-Creep Analysis

1-Giriş

Vitrifiye seramiklerin temel hammadde kaynakları; kil, kuvars ve feldspattan oluşur. Bunların değişik oranlardaki karışımları ve pişirme sıcaklıkları, son ürünün özelliklerini belirleyici önemli unsurlardır. Şekil 1'deki faz diyagramında, bileşim ve sıcaklığa bağlı olarak farklı porselen faz bölgeleri görülmektedir. Porselen mutfak eşyası gibi sert porselen malzemelerin mikro yapısı incelendiğinde, silika camı yapısının içine gömülü iğnesel müllit ve granüler kuvars kristallerinin bulunduğu gözlenmektedir. Isıtma ile birlikte, 450-500 °C'de bir kil minerali olan kaolinit $(Al_2Si_2O_5)(OH)_4$ dehidrate olur ve yarıkararlı meta-kaoline dönüşür. Feldspat taneleri bu sırada fazla silika ve kil ile reaksiyona girerek yaklaşık 990 °C'de viskoz bir sıvı oluştururlar. Isıtma devam ettikçe, meta-kaolenden müllit kristalleşmesi gelişir ve kuvars taneleri sıvı içinde çözünmeye başlar. Tipik bir porselen pişirme sıcaklık aralığı olan 1300-1350 °C'de; mevcut fazların müllit, silika, ve potasyum alumina silikat camı olduğu gözlenir [1-2].

Porselenler, pişirme sıcaklıklarında, yapısındaki sıvı fazın artması ve viskozitesinin düşmesi sonucu kalıcı deformasyona uğramaktadırlar. Şekillendirilmiş bir porselen massesi, pişirme rejimi gereği ~1300 °C'deki tepe sıcaklığında yaklaşık 0.5 saat kadar bekletilmektedir. Burada yaşanan sürünme sonucu; ürün, kendi mase ağırlığını taşıyamamakta ve nihayet kalıcı deformasyon meydana gelmektedir. Teknolojik olarak ürün tasarımı ve üretiminde önemli soruna yol açan bu konuda, literatürde bazı deneysel çalışmalara rastlanmaktadır [3-5]. Bu çalışmaların yararı tartışılmasa da yine de işletmelerde prosesin kontrolünün sağlanmasında eksiklikler yaşandığı bilinmektedir.

Son yıllarda gelişen bilgisayar destekli modelleme tekniklerinden, mühendislik problemlerine etkin çözümler elde edilmektedir. Kısaca Bilgisayar Destekli Tasarım ve Mühendislik (CAD/CAE, Comp. Aided Design and Engineering) olarak adlandırılan bu teknoloji, malzeme davranışlarının fiziksel büyüklükler ile tanımlanarak, seçilen bir matematik model yardımıyla hesaplanmasına dayanmaktadır. Önemli kullanım alanı bulan matematik modellerden birisi de Sonlu Elemanlar Yöntemi'dir. [6-8].

Bu çalışmada; Sonlu Elemanlar Sürünme Analizi yardımıyla porselen massesinin tabak olarak şekillendirildikten sonra pişirilmesinde meydana gelen termal deformasyon ve tepe sıcaklığında oluşan sürünme deformasyonu davranışı simüle edilmeye çalışılmıştır.

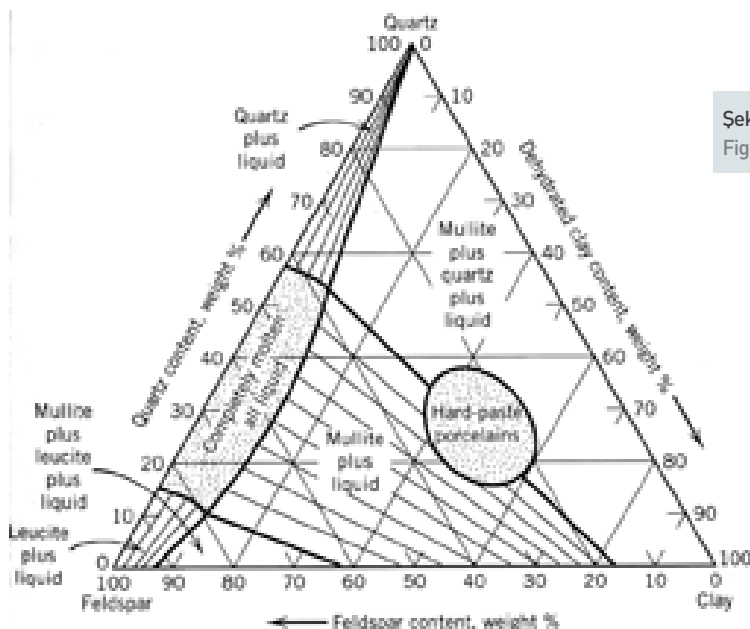
1-Introduction

The basic raw material resources of vitreous ceramics comprise clay, quartz and feldspar. The mixtures at different ratios and firing temperatures of these are the important elements defining the properties of the final product. In the phase diagram in Figure 1, different porcelain phase zones dependent on composition and temperature are displayed. When the micro structure of hard porcelain wares like porcelain kitchen ware is analyzed, it is observed that there are needle-like mullite and granular quartz crystal are imbedded in the silica glass-like structure. As the body is heated at 450-500 °C, kaolinite $(Al_2Si_2O_5)(OH)_4$, which is a clay mineral is dehydrated and becomes semi-stable meta kaolin. Feldspar grains, in the meantime, react with excess silicate and clay, forming a viscous liquid at approximately 990 °C. As the temperature increases, mullite crystallization from meta kaolin occurs and quartz grains start to dissolve in the liquid. At 1300-1350 °C, which is a typical porcelain firing temperature range, it is observed that present phases are mullite, silica and potassium alumina silicate glass [1-2].

Porcelains undergo permanent deformation at their firing temperatures due to the increase in the liquid phase in their composition and the drop in viscosity. A shaped porcelain body is dwelled approximately for about 0.5 hours at the peak temperature of ~1300 °C as required by the firing regime. As a result of the creep undergone here, the product is unable to carry its own body weight and eventually, permanent deformation occurs. There are some experimental studies in literature on this subject which creates major problems technologically in product design and production [3-5]. Although the benefits of such studies are indisputable, still it is known that there are shortcomings in achieving the control of the process in operations.

Effective solutions to engineering problems are derived from the computer aided modeling techniques that are developed in recent years. This technology, which is briefly called CAD/CAE, Computer Aided Design and Engineering, is based on calculation of material behaviour with the aid of a selected mathematical model being defined by physical magnitudes. One of the mathematical models, which is used to a significant extent, is the Finite Elements Method [6-8].

In this study, the thermal deformation occurring during firing after being shaped into a plate of the porcelain body and the creep deformation behavior occurring at peak temperature was attempted to be simulated with the aid of the Finite Elements Creep Analysis.



Şekil 1: Porselenin Üçlü Faz Denge Diyagramı [1]
Figure 1. Ternary Phase Diagram of Porcelains [1]

2.1.2 Malzeme Modelinin Oluşturulması

Matematiksel modelin gerçek malzeme bilgisi ile donatılması, elde edilecek sonuçların başarısı ve güvenilirliğin en önemli unsurudur. Analize konu olan porselen malzemesinin sürünme özelliğinin matematik modele yansıtılabilmesi için "n" (gerilme intensite faktörü-stress intensity factor) ve "Q" (sürünme aktivasyon enerjisi) fiziksel büyüklüklerine ihtiyaç duyulmaktadır. Sürünme faktörleri de denilen bu parametrelerden; n, gerilmeye bağlı ve Q, sıcaklığa bağlı sürünme deneyleri sonucu elde edilmektedir [3-5, 9]. DIN 51064 [10] standardından esinlenilerek; 0.05Mpa sabit basınç altında 1250°C, 1300°C, 1350°C ve 1400°C sıcaklıklarında sıcaklığa bağlı sürünme deneyleri ile 1300°C sabit sıcaklıkta ise 0.05Mpa ve 0.1Mpa basınçlarda gerilmeye bağlı sürünme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Üssel Sürünme Kanunu olarak bilinen sürünme modeli, Arrhenius Hız Denklemi'ne göre şöyle tanımlanmaktadır [4, 9] :

$$\dot{\epsilon} = \frac{de}{dt} = A_0 \cdot \sigma^n \cdot e^{-Q/RT} \quad (1)$$

$\dot{\epsilon}$ = de/dt, sürünme hızı (h-1), e: şekil değiştirme oranı, A₀ : sabit, σ : basınç, n : sürünme gerilmesi üssü, Q : sürünme aktivasyon enerjisi, R : Gaz sabiti, T : Sıcaklık (K).

Sürünme gerilmesi üssünün (n) hesaplanması :

$$n = \log(e_2/e_1) / \log(\sigma_2/\sigma_1) \quad (2)$$

Sürünme aktivasyon enerjisinin (Q) hesaplanması :

$$Q = [\ln(e_2/e_1)(T_1.T_2)R]/(T_2-T_1) \quad (3)$$

Bu şekilde yapılan hesaplamalar sonucu; n= 0.419 ve Q= 44374 cal/(mol.K) olarak hesaplanmıştır.

Hesaplamalarda kullanılmak üzere, Pişirme sırasında sürünme öncesi termal genişleme özelliğinin belirlenebilmesi için, porselen masseden hazırlanan numuneye dilatometre deneyi uygulanmış ve artan sıcaklıkla porselenin termal genişleme katsayısının değişimi belirlenmiştir. Sürünme analizi hesaplamaları için E-modül ve poisson oranı bilgilerine de ihtiyaç duyulmaktadır. Bunlar, sonlu elemanlar yazılım paketi ANSYS'in sürünme analizi malzeme bilgisi modülünde veri olarak girilerek, malzeme modeli oluşturulmuştur.

2.1.3 Sonlu Elemanlar Modelinin Oluşturulması

Şekil 3'te görüldüğü gibi; tabağın geometrik modeli, ağ oluşturma işlemiyle (mesh generation) 817 elemanlı sonlu elemanlar modeline dönüştürülmüştür. Eleman tipi, 2D viskoplastik elemanlardan Plane182 [8]'dir. Bu elemanlar, 2784 düğüm noktası (node) ile birbirlerine bağlanmıştır.

2.1.2 Formation of the Material Model

Equipping the mathematical model with actual material data is the most important element for the success and reliability of the results to be derived. To reflect the creep characteristic of the analyzed porcelain material to the mathematical model, physical magnitudes "n" (stress intensity factor) and "Q" (creep activation energy) are required. From these parameters also called creep factors n is derived from creep tests dependent on stress and Q as a result of creep tests dependent on temperature [3-5, 9]. Temperature dependent creep tests under constant pressure of 0.05Mpa at temperatures 1250°C, 1300°C, 1350°C and 1400°C and stress dependant creep tests were conducted at constant temperature of 1300°C at 0.05Mpa and 0.1Mpa pressures under inspiration by DIN 51064 [10] standard. The creep model known as Power Law Creep as defined as follows according to Arrhenius Rate Equation [4, 9] :

$$\dot{\epsilon} = \frac{de}{dt} = A_0 \cdot \sigma^n \cdot e^{-Q/RT} \quad (1)$$

where $\dot{\epsilon}$ = de/dt, creep rate (h-1), e: deformation ratio, A₀ : constant, σ : pressure, n : creep stress exponent, Q : creep activation energy, R : Gas constant, T : Temperature (K).

Calculation of creep stress exponent (n) :

$$n = \log(e_2/e_1) / \log(\sigma_2/\sigma_1) \quad (2)$$

Calculation of creep activation energy (Q) :

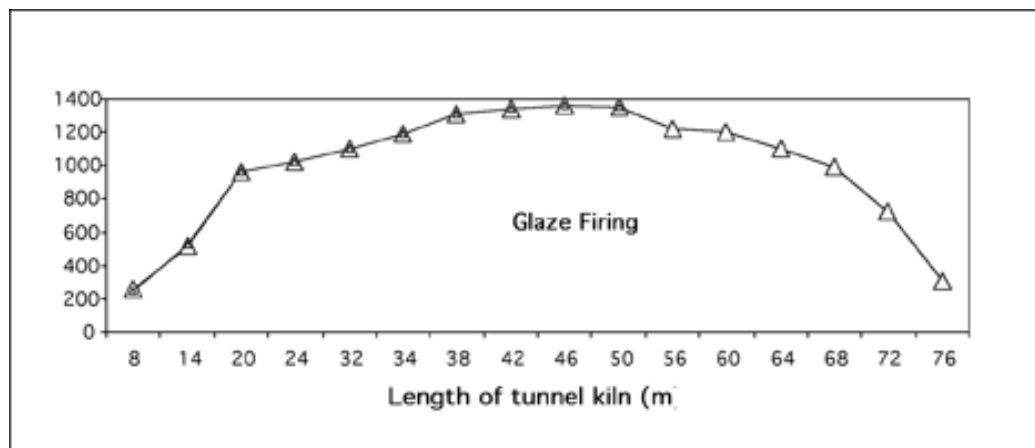
$$Q = [\ln(e_2/e_1)(T_1.T_2)R]/(T_2-T_1) \quad (3)$$

As a result of the calculations performed in this manner, the following results were derived; n=0.419 and Q= 44374 cal/(mol.K).

The dilatometer test was applied to the sample prepared out of the porcelain body to allow the pre-creep thermal expansion property during firing to be determined and the variation of the thermal expansion coefficient of porcelain by increasing temperature was determined. E-module and poisson ratio data are also needed for creep analysis calculations. These were entered as data in the finite elements software package ANSYS creep analysis material data module to create the material model.

2.1.3 Creation of the Finite Elements Model

As observed in Figure 3, the geometrical model of the plate was transformed into a 817-element finite elements model by the mesh generation process. Element type is 2D viscoplastic element Plane182 [8]. Such elements were connected to each other by 2784 nodes.



Şekil 4: Porselenin Sır Pişirim Rejimi
Figure 4. Glaze Firing Regime of Porcelain Plate

2.2 Sınır Koşulları ve Sürünme Analizi

Önemli sınır koşulu, porselenin pişirme rejimidir. Şekil 4'te tünel fırında porselen tabağın hızlı pişirim rejimi görülmektedir. Buna göre, 1300°C'ye belirli bir hızla ısıtılmış, daha sonra tepe noktası olan bu sıcaklıkta ~0.5 saat beklenmiş ve yine belirli bir hızda soğutulmuştur. Tabağın oturduğu zemin üzerinde y-yönünde hareketinin engellenerek sabitlenmesi, bir diğer sınır koşuludur.

3 - Sonuçlar ve Değerlendirme

Tüm sınır şartlarının sağlanması sonrasında iki aşamalı zamana bağlı (transient analysis) hesaplamalar gerçekleştirilmiştir. Şekil 5, hesaplama sonucu elde edilen ve 1300°C'de tepe noktasında pişen porselen tabakta meydana gelen toplam deformasyonun; yönünü, büyüklüğünü ve ham mamule kıyasla tabağın şekil değişimini sergilemektedir.

1300°C'de yapıda silikat camı faz oranının iyice artması sonucu porselen viskozlaşmakta ve böylelikle masse, kendi ağırlığı altında sürünerek deformasyona uğramaktadır. Yapılan analiz sonucunda; -bu ifadeye uygun biçimde- tabağın merkezi en fazla olmak üzere, ilk haline göre çekül doğrultusunda deformasyona uğrayarak şekil değiştirdiği görülmüştür.

Bu çalışma 2D ve tabağın bir yarısı dikkate alınarak, basitleştirilerek gerçekleştirilmiştir. 3D çalışma hem daha zor hem daha karmaşıktır. Yapılan bu çalışma ile, 3D boyutlu çalışma planı için bir yol haritası çıkarılmaya çalışılmıştır. Eğilim doğru tespit edilirse, aynı yol takip edilerek 3D boyutlu çalışma yapmak son derece kolay olacaktır. Aynı şekilde sadece porselen tabak için değil, saniter seramikler gibi diğer yapılar için de aynı yol haritası kullanılarak, sürünme problemlerinin çözümü rahatlıkla gerçekleştirilebilir.

2.2 Boundary Conditions and Creep Analysis

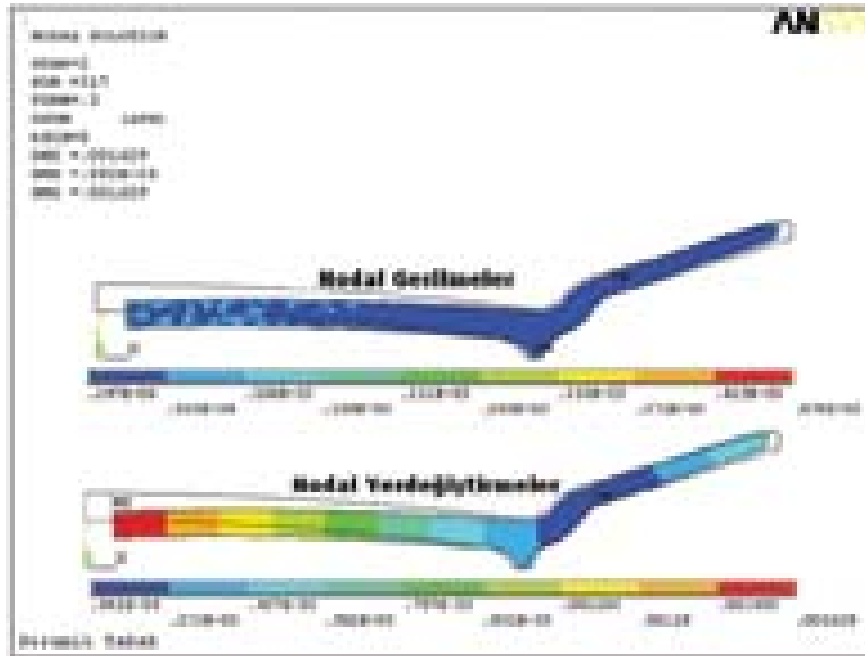
The important boundary condition is the firing regime of porcelain. Figure 4 shows the rapid firing regime of porcelain plate in tunnel kiln. Accordingly, the body was heated at a specific rate up to 1300°C, then it was dwelled for ~0.5 hour at this peak temperature and was cooled again at a specific rate. Yet, another limit condition is that the movement of the plate on the ground it sits on in direction-y is contained and fixed.

3 - Results and Evaluation

After all boundary conditions were met, the two-phase transient analysis was done. Figure 5 depicts the direction and magnitude of the total deformation derived as a result of calculations, occurring on the porcelain plate fired at the peak point of 1300°C and the deformation of the plate compared to the green ware.

Porcelain become more viscous as the silicate glassy phase ratio increases greatly in the composition at 1300°C, thus the body is deformed by creeping under its own weight. As a result of the conducted analysis, it was observed that the body was deformed in the direction of plumb according to its original state with the maximum deformation occurring at the center of the plate – in line with this expression -.

This study was conducted using 2D model and one half of the plate through simplification. An 3D study would be more difficult and more complex. An attempt was made to lay out a road map for a 3D study plan by this study. If the trend is determined correctly, it would be extremely easy to conduct a 3D study following the same process. In the same manner, solution of creep problems may be achieved easily using the same road map not only for porcelain plates but other structures like sanitary ware.



Şekil 5: Sürünme Sonrası Oluşan Deformasyonun Yönü, Büyüklüğü ve Dağılımı
Figure 5. Direction, Magnitude and Distribution of Deformation After Creeping

Teşekkür

Destekleri için; TÜBİTAK-DFG (Deutsche Forschungsgemeinschaft), Almanya Freiberg Teknik Üniversitesi-Silikat Tekniği Enstitüsü ve İstanbul Üniversitesi Araştırma Fonuna (Proje No: BYP-390/29032004) teşekkürler.

Acknowledgments

We would like to thank TÜBİTAK-DFG (Deutsche Forschungsgemeinschaft), Germany Freiburg Technical University-Silicate Technique Institute and Istanbul University Research Fund (Project No: BYP-390/29032004) for their support.

Kaynakça / Bibliography

-
- [1] Y.-M.Chiang, D.Birnie, W.D.Kingery," Physical Ceramics", John Wiley&Sons, NY, 1997
 - [2] H. Salmang, H. Scholze, "Keramik I-II",Springer, Berlin, 1983
 - [3] R. Ponraj ve diğ., J. of Materials Science 29 (1994) 4385-4392
 - [4] S.P. Chaudhuri ve diğ., Trans. Indian Ceram. Soc. 32 (1973) 70
 - [5] S. Yılmaz ve Z.E. Erkmen, "Sert porselenin pişirme sıcaklıklarındaki sürünme davranışlarının incelenmesi, 12. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 2005
 - [6] O.C. Zienkiewicz,"Methode der Finiten-Elemente", Carl Hanser Verlag, München,1975
 - [7] K.-J. Bathe, "Finite-Elemente-Methoden", Springer, Berlin, 1986
 - [8] ANSYS Software Theory Manuel Book, Swanson Analysis Inc., Houston
 - [9] F.R.N. Nabarro, H.L. deVilliers, H.L,"The Physics of Creep", Taylor and Francis, 1995
 - [10] W. Schulle, "Feuerfeste Werkstoffe", Deutscher Verlag für Grundstoff, Leipzig, 1990