

# مقاومت به گسترش ترک در دماهای بالا و نقش ارتباطی آن با مقاومت به شوک و خستگی گرمایی

مهدی کلانتر\* و جی. فانتوزی\*\*

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه یزد

انستیتو ملی علوم کاربردی لیون فرانسه

(دریافت مقاله ۸۰/۲/۲۵ - دریافت نسخه نهایی ۸۱/۱۰/۲۱)

**چکیده** - بررسی و مطالعه سرامیکهای بر پایه سیلیسیم در راستای فهم رفتار ترمو مکانیکی آنها و نقش ریزساختار (اندازه و مرفولوژی دانه‌ها) و محتوی فازی به خصوص فاز بین دانه‌های بر روی این رفتار از اهداف اصلی این مطالعه است. بر این اساس نمونه‌هایی از نیترو سیلیسیم با ریز ساختار و یا محتوی فاز شیشه متفاوت تهیه و آزمایشات مکانیکی گرم و سرد بر روی آنها اعمال شد. برای مطالعه رفتار گسترش ترک نیترو سیلیسیم تحت تنشهای گرمایی، نمونه‌هایی (با همان نوع ریز ساختارهای مورد استفاده در آزمایشات مکانیکی گرم) تحت سیکل‌های شوک و خستگی گرمایی قرار گرفتند. برای توسعه و ایجاد انواع ریز ساختار از انواع پودر با کیفیت متفاوت، انواع مواد کمک زینتر، انواع فرایندهای شکل دهی و شرایط مختلف زینترینگ توسل جستیم. تحلیل نتایج نشان می‌دهد که ماکزیمم مقاومت در برابر رشد ترک در آزمایشات ترمومکانیکی و شوک گرمایی برای نمونه‌هایی حاصل می‌شود که در آن اولاً تبدیل فازی  $\alpha \rightarrow \beta$  پایان یافته باشد ثانیاً ریز ساختار خود استحکام یافته از نظر مرفولوژی و اندازه دانه متبلور شده باشد (دانه‌های سوزنی کشیده که به طور یکنواخت در زمینه‌ای از دانه‌های ریز پراکنده شده باشد) ثالثاً کریستالیزاسیون نسبی از فاز مرز دانه انجام گرفته باشد. این شرایط به طور نسبی در نمونه‌هایی حاصل می‌شود که از پودر غنی از فاز  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> با درصد بالایی از ماده افزودنی اکسید ایتیریم (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) به عنوان کمک زینتر استفاده شده و در شرایط دمایی ۲۰۰۰°C به مدت یک ساعت مورد زینترینگ تحت بار (۴۵ Mpa) قرار گرفته باشد.

واژگان کلیدی: نیتروسیلیسیم، خواص ترمو مکانیکی، مقاومت به شوک گرمایی، مقاومت به گسترش ترک

## Thermal Stress Resistance to Fracture and its Relation to with Resistance to Thermal Fatigue and Shock

M. Kalantar and G. Fantozzi

Department of Metallurgy and Materials Engineering, University of Yazd

**Abstracts:** Dense Silicon nitride was investigated to determine the effect of its microstructural parameters and densification on thermo-mechanical properties and thermal stress resistance to fracture initiation during a hot or cold mechanical and thermal shock testing. The different materials and microstructures were obtained by changing the parameters such as the type of the powder, additive, forming process and sintering condition. Maximum crack growth and thermal shock resistance of dense Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> are achieved after complete conversion of the  $\alpha \rightarrow \beta$  transformation, and after the change in grain morphology towards elongated

\*\* استاد

\* استادیار

grain and the relative crystallization of the second phases have been obtained. The characteristics are obtained by a high phase content of the starting powder, high  $Y_2O_3$ , and sintering condition of higher temperature (2000 °C), longer soaking times (1h) and load application at the beginning of the thermal cycle.

**Keywords:** Silicon nitride, Thermo- mechanical properties, Thermal shock resistance, Crack propagation resistance

## فهرست علائم

$a$ طول ترک در هر لحظه (mm)	$R$ پارامتر مقاومت به تشکیل ترک در مورد یک شوک سخت (پارامتر اول شوک گرمایی) ( $^{\circ}C$ )
$a_0$ اندازه طول ترک اولیه (mm)	$R'$ : پارامتر مقاومت به تشکیل ترک در مورد یک شوک نرم (پارامتر دوم شوک گرمایی) ( $J.cm^2S^{-1}$ )
$a_c$ طول ترک بحرانی (mm)	$R'''$ پارامتر مقاومت در برابر گسترش ترک (cm)
$\Delta a$ $a - a_0$ (mm)	$B$ یا $b$ عرض نمونه‌های آزمایشی (mm)
$\bar{a}$ اندازه متوسط کشیدگی دانه‌ها	$\Delta T = T_h - T_c$ : اختلاف دمای گرم و سرد ( $^{\circ}C$ )
$\bar{d}$ اندازه متوسط قطر دانه‌های کریستالی ( $\mu m$ )	$\Delta T_c$ اختلاف دمای بحرانی ( $^{\circ}C$ )
$E$ مدول الاستیسیته (Gpa)	$w$ یا $W$ عرض نمونه (mm)
$K_{IC}$ فاکتور تمرکز تنش بحرانی به عبارتی تافنس ماده ( $Mpa.m^{1/2}$ )	$Y$ پارامتری مربوط به شکل هندسی نمونه
$K_R$ فاکتور تمرکز تنش به ازای یک طول ترک معین ( $Mpa.m^{1/2}$ )	$\alpha$ ضریب انبساط گرمایی $K^{-1}$
$\bar{L}$ اندازه متوسط طول دانه‌های کریستالی ( $\mu m$ )	$\lambda$ ضریب هدایت گرمایی ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
$P$ نیرو (N)	$\sigma_f$ یا $\sigma_R$ استحکام شکست (Mpa)
	$\sigma$ تنش اعمالی (Pa)

## ۱- مقدمه

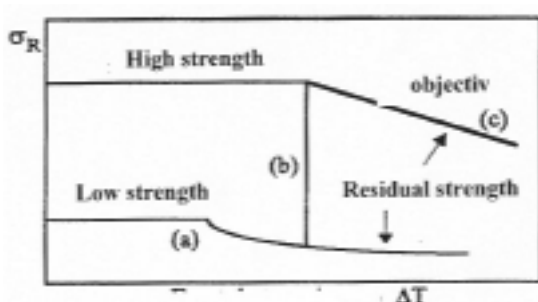
سبب شده تا سرامیکها در برابر نیروی مکانیکی به خصوص در حالت کششی و همین طور در برابر شوکهای گرمایی شکست ترد و ناگهانی از خود نشان دهند.

کاربرد قطعات در دمای بالا ایجاب می‌کند که آن قطعه در برابر شوکهای گرمایی، خستگی گرمایی، خوردگی و خزش مقاومت بالایی داشته باشد. از میان سرامیکها مطمئناً ترکیبات اکسیدی برای خصوصیات ذکر شده در بالا مناسب نیست چرا که اکثر سرامیکهای اکسیدی افزایش انبساط حجمی و کاهش هدایت گرمایی قابل توجهی نسبت به دما از خود نشان می‌دهند در حالی که سرامیکهای بر پایه سیلیسیم و به خصوص نیترو سیلیسیم با داشتن پیوندهای کوالانت (۳۰٪ یونی، ۷۰٪ کوالانت) استحکام و سختی بالایی به خود

کاهش سوخته‌های فسیلی از یک طرف و انبار شدن ضایعات هسته‌ای از طرف دیگر باعث شده در سالهای اخیر توجه خاصی به افزایش راندمان انرژی ماشینهای گرمایی به شود که لازمه آن جایگزین سوپر آلیاژها توسط مواد جدیدی بوده که به توانند عملکرد خوبی در دمای بالا از نظر استحکام مکانیکی و خوردگی از خود نشان دهند. از میان این مواد جدید سرامیکها جایگاه خاصی دارند که از جمله خنثی بودن از لحاظ شیمیایی، دیرگدازی، مقاومت به سایش، جرم حجمی کم و در دسترس بودن و به عبارتی ارزاتر بودن آنهاست. با وجود این شکنندگی، هدایت گرمایی ضعیف و مدول الاستیسیته نسبتاً بالا

جدول ۱- خواص فیزیکی، مکانیکی و مشخصات میکروسکوپی نمونه های مورد مطالعه

نمونه	دانشسته gr/cm <sup>3</sup>	$\bar{a}$	$\bar{d}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\bar{L}$ ( $\mu\text{m}$ )	E (Gpa)	$K_{IC}$ (Mpa.m <sup>1/2</sup> )	$\sigma_f$ (Mpa)	اندازه ترک بحرانی ( $\mu\text{m}$ )
A	۳/۳۴	۸	۰/۴۳	۳/۴۹	۳۰۶	۸	۵۱۷±۵۲	۴۴
B	۳/۲۵	۹	۰/۶۱	۵/۲۲	۳۱۳	۹/۸	۷۰۰±۳۷	۳۸.۳
C	۳/۲۶	۴/۲۸	۰/۹	۳/۸۹	۳۰۴	۷/۶	۶۰۰±۱۲۳	۲۳.۶
D	۳/۲۵	۷/۵	۰/۶	۳/۸۴	۳۱۳	۱۰	۸۶۰±۸۸	۲۶.۷
E	۳/۳۲	۸/۷۵	۰/۶	۵/۲۷	۳۱۱	۱۰/۸	۷۵۸±۱۰۲	۴۰



شکل ۱- نمایش شماتیکی تغییرات استحکام شکست در برابر  $\Delta T$  -a برای مواد با استحکام شکست بالا -b برای مواد با استحکام شکست پایین -c برای مواد ایده‌نال که هدف این مطالعه دسترسی به آنهاست

موادی که گسترش ترک پایدارتری دارند. از استحکام پایبندی برخوردارند، شکل (۱-الف) [۲]. بنابراین لازم است موادی با ریز ساختار ویژه را طراحی کرد تا حالت بهینه‌ای بین مقاومت به تشکیل ترک و مقاومت به گسترش ترک حاصل شود، شکل (۱-ج). مطالعات زیادی در رابطه با مقاومت به تشکیل و یا گسترش ترک در دمای محیط بر روی نمونه‌های نیترو سلیسیم که تحت تنشهای مکانیکی ناشی از اعمال بار خارجی و یا تحت تنشهای گرمایی ناشی از سیکلهای شوک گرمایی قرار گرفته اند انجام شده است [۱۰-۱۵]. اما مطالعات کمی در رابطه با خواص مکانیکی در دماهای بالا و نقش فاز مرز دانه‌ای (فاز شیشه) بر روی رفتار ترمومکانیکی و شوک گرمایی نیترو سلیسیم صورت گرفته است [۱۶].

اختصاص داده و از این جهت به عنوان ابزارهای برشی یا به عنوان قطعاتی که مقاومت به سایش بالا لازم دارند مورد استفاده قرار می‌گیرد. از طرفی استحکام گرم قابل توجه (مقاومت مکانیکی تا دمای ۹۵۰°C ثابت باقی می‌ماند)، ضریب انبساط کم و هدایت گرمایی نسبتاً بالا (بعد از کار بید سلیسیم دومین مقاوم را بین سرامیکها دارد) آن را مناسب کاربردهای گرمایی که در آن مقاومت به شوک گرمایی لازم است کرده است [۱-۵]. برای ماده‌ای که تحت تنش گرمایی حاصل از سیکلهای شوک گرمایی قرار می‌گیرد دو عامل R مقاومت به تشکیل ترک و  $R'''$  مقاومت در برابر گسترش ترک تعیین کننده عمر آن ماده اند. بنا به معادله (۱) برای بهبود پارامتر R لازم است استحکام شکست و تانفس<sup>۴</sup> ماده [۶-۷] و مطابق با معادله (۳) برای بهبود پارامتر  $R'''$  لازم است تانفس شکست ماده همراه با اثر منحنی R<sup>۰</sup> ماده افزایش یابد [۸-۹].

(۱) برای شوکهای گرمایی سخت و شدید

$$R = \Delta T c = K \sigma_f / (E. \alpha) \quad \text{یا} \quad R = K' K_{IC} / (E. \alpha \alpha_c^{1/2})$$

$$R' = \lambda R \quad \text{(۲) برای شوک گرمایی نرم}$$

$$R''' = K (K_{IC} / \sigma_f)^2 \quad \text{(۳)}$$

$K$  و  $K'$ : ضرایب ثابت مربوط به شکل هندسی جسم

افزایش همزمان استحکام و تانفس در یک ماده آسان نبوده چرا که در اکثر موارد افزایش یکی با کاهش دیگری همراه است یعنی مواد با استحکام بالا شکست ترد، شکل (۱-ب). و

جدول ۲- مشخصات و خواص انواع پودرهای نیترو سلیسیم مصرفی

نوع پودر	مواد افزودنی (۹/۵-۱۱)/%					
	M11	SNE10	SNE 05	SHS	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
خواص پودر						
اندازه ذرات (μm)	۰/۷	۰/۳	۰/۷	۰/۶	۰/۳	۴
دانسیته پودری (g/cm <sup>3</sup> )	۳/۱۴	۳/۱۲	۳/۱۶	۳/۱۳	۳/۹۸	۴/۸۴
درصد حضور فاز α	≥ ۹۰	≥ ۹۵	۹۷ ≥	≥ ۸۰	۹۴	-
مورفولوژی ذرات	ورقه‌ای	هم محور	هم محور	ورقه‌ای	-	-
سطح مخصوص (m <sup>2</sup> /g)	۱۲-۱۵	۹-۱۳	۴-۶	۱۰-۱۵	۸	۳/۹

با فشار مکانیکی ۴۵ مگاپاسکال اعمال شده از ابتدای سیکل گرم شدن.

C- پودر تجارتي نیترو سلیسیم (SHS)+(1.5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+8%YO<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): زیتترینگ تحت فشار تحت اتمسفر ازت با شرایط دمایی C° ۲۰۰۰ به مدت ۹۰ دقیقه با فشار مکانیکی ۴۵ مگاپاسکال اعمال شده از آغاز سیکل ایزو ترم.

D- پودر تجارتي نیترو سلیسیم (SNE<sub>10</sub>)+(1.5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): زیتترینگ تحت فشار تحت اتمسفر ازت با شرایط دمایی C° ۲۰۰۰ به مدت ۶۰ دقیقه با فشار مکانیکی ۴۵ مگاپاسکال اعمال شده از ابتدای سیکل گرم شدن.

E- پودر تجارتي نیترو سلیسیم (M<sub>11</sub>)+(1.5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+14%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): زیتترینگ تحت فشار تحت اتمسفر ازت با شرایط دمایی C° ۲۱۰۰ به مدت ۶۰ دقیقه با فشار مکانیکی ۴۵ مگاپاسکال اعمال شده از آغاز سیکل ایزو ترم.

مشخصات انواع پودرهای تجارتي مورد استفاده در جدول (۲) آمده است.

به همین دلیل محوریت این تحقیق بر موضوع فوق قرار گرفته است. در این مطالعه پنج نوع نمونه نیترو سلیسیم که ریز ساختاری متفاوتی دارند را مورد مطالعات ترمومکانیکی و شوک گرمایی قرار داده و رفتار گسترش ترک به واسطه تنشهای مکانیکی در دماهای بالا و تنشهای گرمایی بحث شده است.

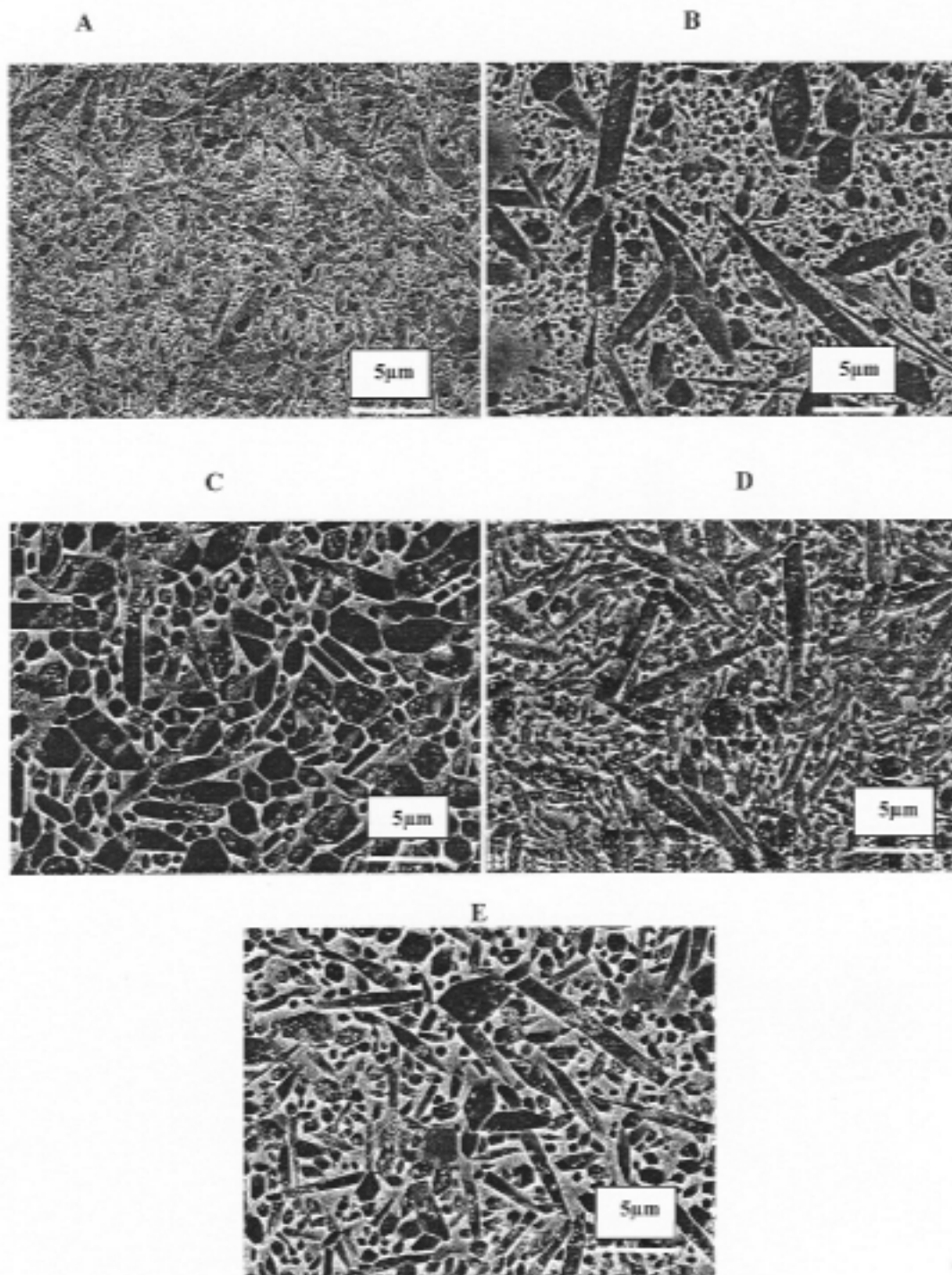
## ۲- روش تحقیق

### ۲-۱- مشخصات نمونه‌های مورد مطالعه

مشخصات ریز ساختاری و خواص مکانیکی پنج نمونه از نیترو سلیسیم که مورد مطالعات ترمومکانیکی قرار گرفته اند در جدول (۱) و شکل (۲) آورده شده اند. ترکیب و شرایط تهیه هر یک از نمونه‌های ذکر شده در جدول (۱) به قرار زیرند:

A- پودر تجارتي نیترو سلیسیم (M<sub>11</sub>)+(1.5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+14%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): زیتترینگ تحت فشار تحت اتمسفر ازت با شرایط دمایی C° ۱۸۰۰ به مدت ۶۰ دقیقه با فشار مکانیکی ۴۵ مگاپاسکال اعمال شده از آغاز سیکل ایزو ترم.

B- پودر تجارتي نیترو سلیسیم (SNE05)+(1.5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): زیتترینگ تحت فشار تحت اتمسفر ازت با شرایط دمایی C° ۱۸۰۰ به مدت ۶۰ دقیقه



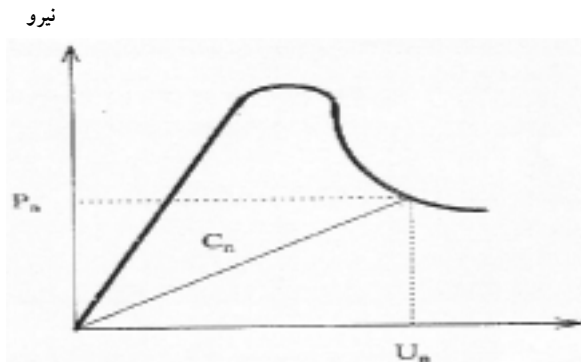
شکل ۲- تصاویر میکروسکوپ الکترونی برای پنج نمونه نیتروسیلیسیم تهیه شده در شرایط مختلف

## ۲-۲- آزمایشات ترمومکانیکی

### ۲-۲-۱ مقاومت به گسترش ترک

برای مطالعه مقاومت به رشد ترک و تعیین مکانیزم

گسترش ترک در دماهای مختلف ( $\leq 1000^{\circ}\text{C}$ ) آزمایشات ترمومکانیکی بر روی نمونه‌های مختلف نیتروسیلیسیم انجام گرفت. بر روی هر کدام از نمونه‌ها در ابتدا با استفاده از تیغه



جا به جایی

شکل ۴- نمونه ای از منحنی تغییرات نیرو در برابر جا به جایی برای دستیابی به منحنی R

بر اساس تنش اعمالی و طولی ترک محاسبه شده می توان فاکتور شدت تنش  $K_R$  را مطابق معادله زیر محاسبه کرد.

$$\sqrt{a}K_R = \sigma Y(a/W) \quad (5)$$

$Y$  - فاکتور مربوط به شکل هندسی نمونه که برای خمش سه نقطه ای به صورت زیر است:

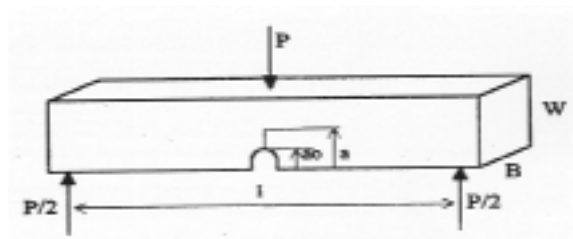
$$Y = \frac{[1.99 - \alpha(1-\alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2)]}{[(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}]} \quad \alpha = (a/w) \quad (6)$$

در حالی که  $\alpha = (a/W)$  است. بدین ترتیب با استفاده از معادلات فوق امکان رسم تغییرات فاکتور شدت تنش بر حسب افزایش طول ترک یا به عبارتی منحنیهای R<sup>۴</sup> است.

### ۲-۲-۲- آزمایشات شوک گرمایی

نمونه های مورد مطالعه تا دمای  $T_h$  گرم شده و حداقل ده دقیقه در آن دما نگهداری شدند و سپس در یک محیط خنک کننده (معمولاً آب) تا دمای  $T_c$  سریع سرد شدند، شکل (۵). نمونه ها با ابعاد  $3 \times 4 \times 40$  در دو وجه بزرگشان تحت صیقل کاری تا  $1 \mu m$  قرار گرفتند.

عملیات شوک گرمایی به دو صورت ساده و توده ای انجام شد، در روش ساده برای هر سیکل از شوک گرمایی یک نمونه مصرف شده در حالی که برای توده ای یک نمونه تمام سیکلهای شوک گرمایی در اختلاف دماهای مختلف (از  $300^\circ C$ )



شکل ۳- نمایش شماتیکی آزمایش خمش سه نقطه ای در

جهت رسم منحنیهای R

برشی الماسی به ضخامت 0.2mm و در ادامه آن از تیغه برشی الماسی به  $70 \mu m$  شیاری ایجاد کرده به طوری که نسبت عمق نهایی شیار به ضخامت نمونه  $0/65$  است ( $a_0/W = 65.100$ ). با استفاده از ماشین مکانیکی<sup>۶</sup> با ظرفیت ۲۵ KN و مجهز به کوره با المنت کرومیت لاتتان (قدرت گرمایی دهی تا دمای  $1550^\circ C$ ) نمونه ها تحت آزمونهای خمش سه نقطه ای با فاصله تکیه گاهی  $35mm$  در دماهای محیط  $800^\circ C$  و  $1000^\circ C$  قرار گرفتند، شکل (۳). لازم به ذکر است که نمونه ها قبل از اعمال نیرو برای همگن سازی گرمایی حداقل ۳۰ دقیقه در دمای مورد نظر نگه داشته شدند. وجود سنسورهای نیرو و جا به جایی امکان ثبت تغییرات نیرو در برابر جا به جایی را میسر می سازد. سرعت فرود آمدن پیستون بالایی را  $5 \mu m/min$  تنظیم کرده در حالی که پیستون پایینی ثابت است. منحنی تغییرات نیرو در برابر جا به جایی برای نمونه هایی که شکست کنترل شده ای داشته باشند شامل دو ناحیه خطی (الاستیک) و غیر خطی (پلاستیک) است، شکل (۴). مرز مشترک این دو ناحیه (نقطه اوج) که انحراف از حالت خطی شروع می شود در حقیقت نقطه تشکیل ترک و رشد بعدی آن است. این نقطه مطابق با  $a_0$  طول ترک اولیه ایجاد شده است. برای هر نقطه از نمودار یک پارامتر  $C_n = U_n/P_n$  را تعریف می کنیم که در آن  $U_n$  میزان جا به جایی و  $P_n$  مقدار نیروی اعمالی در نقطه n ام است. از این پارامتر برای محاسبه طول ترک  $a_n$  در هر لحظه مطابق معادله زیر استفاده می شود [۱۷]:

$$a_n = a_{n-1} + [(W - a_{n-1})/2][C_n - C_{n-1}]/C_n \quad (4)$$

### ۳- بحث و نتایج

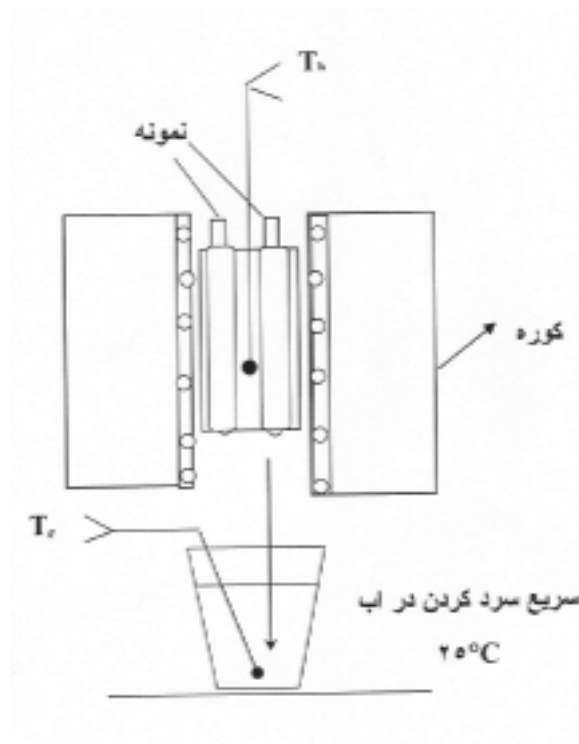
#### ۳-۱- رفتار ترمومکانیکی و مقاومت به گسترش ترک نیترو

##### سیلیسیم

داده‌های مربوط به آزمایشات ترمومکانیکی و منحنیهای مربوطه در جدول (۳) و شکل (۶) آمده اند. با توجه به جدول (۳) دیده می‌شود که در دمای محیط برای تمامی نمونه‌ها شکست کاملاً ترد و ناگهانی (رشد ترک سریع) وجود داشته و هیچ اثری از منحنی R وجود ندارد. به عبارتی منحنی  $K_R - a$  به صورت یک خط افقی ظاهر می‌شود. مطالعات رشد ترک در دمای محیط برای سرعتهای متفاوتی ( $5 \mu\text{m}/\text{min}$  تا  $0.1 \text{ mm}/\text{min}$ ) انجام شد که در تمام موارد نمونه‌ها شکست ترد از خود نشان دادند، اما مشاهده شد که با کاهش سرعت اعمال نیرو و مقادیر بالاتری برای تافنس حاصل می‌شود، علت می‌تواند مربوط به انجام رشد ترک در تنشهای کمتر از تنش بحرانی به سبب پدیده خوردگی تنشی در حضور نیروهای مکانیکی و عوامل خورنده همچون آب (رطوبت) و به دنبال آن شکست پیوندهای اتمی در نوک ترک باشد [۱۷]. رفتار نیترو سیلیسیم در دماهای بالا ( $1000^\circ\text{C}$  -  $800^\circ\text{C}$ ) متفاوت با دمای محیط بوده و یک دامنه تغییرات کوچکی از  $K_R$  قبل از شکست مشاهده می‌شود، شکل (۶).

نمونه A که دارای ساختار ریز دانه‌ای بوده و نسبت کشیدگی متوسط دانه‌ها ضعیف است، جدول (۱)، شکست کاملاً تردی در دمای محیط و دماهای بالاتر از خود نشان میدهد.

ریز ساختار نمونه B، شکل (۲)، مجموعه دانه‌های سوزنی کشیده که در زمینه‌ای ریز پراکنده شده اند را نشان می‌دهد و مطابق جدول (۱) نسبت کشیدگی دانه‌های سوزنی قابل توجه است. نتایج آزمایشات ترمومکانیکی یک شکست کاملاً ترد را حتی در  $1000^\circ\text{C}$  نشان می‌دهد که می‌تواند به دلیل وجود زمینه ریز دانه باشد. چرا که زمینه متشکل از دانه‌های ریز باعث یک ناپایداری شدید در گسترش ترک شده به طوری که وجود دانه‌های سوزنی که نقش استحکام دهی و مهار گسترش



شکل ۵- نمایش شماتیکی عملیات شوک گرمایی با غوطه‌وری در آب

به صورت پله‌های افزایشی  $50^\circ\text{C}$  تا آسیب دیدگی کلی را پشت سر گذارد. در صورتی که نمونه‌ای تا  $1000^\circ\text{C}$  اثری از ترک در آن مشاهده نشود این نمونه از نظر مقاومت به شوک گرمایی ایدئال شناخته می‌شود. در حالت توده‌ای مدول الاستیک نمونه (آزمایش غیر مخرب) قبل ( $E_0$ ) و بعد از هر سیکل شوک گرمایی (E) و برای حالت ساده استحکام خمشی چهار نقطه‌ای نمونه (مخرب) بعد از هر سیکل گرمایی مورد اندازه گیری قرار گرفت. با رسم تغییرات مدول یا استحکام شکست نسبت به  $\Delta T$  می‌توان چگونگی رفتار نمونه از نظر مقاومت به ایجاد یا گسترش ترک را مورد مطالعه قرار داد.

اولین کاهش در استحکام شکست یا مدول الاستیک به عنوان نقطه تشکیل ترک محسوب شده و  $\Delta T$  مربوط به این نقطه را اختلاف دمای بحرانی  $\Delta T_c$  می‌نامیم. رفتار ماده بعد از این نقطه گویای چگونگی گسترش ترک بوده و معیاری برای سنجش مقاومت به گسترش ترک نمونه است.

جدول ۳- مقادیر KR برای پنج نمونه که تحت آزمایش خمش سه نقطه ای قرار گرفته‌اند

نمونه	دما (°C)	K <sub>R</sub> : (Mpa.m <sup>1/2</sup> )
A	دمای محیط	عدم وجود اثر منحنی R
	۸۰۰	-
B	۱۰۰۰	-
	دمای محیط	عدم وجود اثر منحنی R
C	-	-
	۱۰۰۰	-
D	دمای محیط	عدم وجود اثر منحنی R
	۸۰۰	۳/۴۷ → ۴/۱۵
E	۱۰۰۰	۶/۷۸ → ۶/۸۵
	دمای محیط	۵/۲۳ → ۵/۷۷
E	۸۰۰	عدم وجود اثر منحنی R
	۱۰۰۰	۶/۵۵ - ۶/۹۱
		۵/۹ - ۶/۷

دانه‌های سوزنی و کشیده را نشان می‌دهد، شکل (۷)، که می‌تواند دلیلی بر یک گسترش ترک کنترل شده و به عبارتی افزایش تافنس باشد.

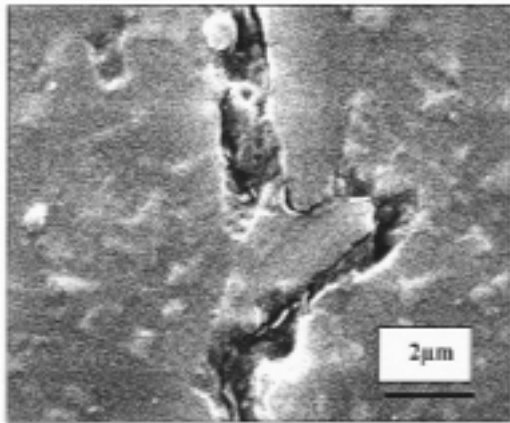
نمونه E که مقدار قابل توجهی فاز شیشه به عنوان فاز مرز دانه‌ای دارد (مواد افزودنی به میزان ۱۵/۵٪) از ریز ساختاری با دانه‌های کشیده (بزرگتر از آنچه برای نمونه D داشتیم) در یک زمینه‌ای از دانه‌های هم محور و با اندازه دانه‌ای متوسط (بزرگتر از آنچه برای B داشتیم) برخوردار است. این ساختار دارای تافنس بالاتر و یک رشد ترک به طور قابل توجهی کنترل شده تر بر روی منحنی K<sub>R</sub>-a از خود نشان می‌دهد و به عبارتی مقاومت به گسترش ترک نسبت به سایر نمونه‌ها بالاتر است (۷/۱-۵/۹ در ۱۰۰۰°C و ۶/۹-۶/۵ در ۸۰۰°C). در اینجا علاوه بر نقش استحکام دهی دانه‌های سوزنی باید نقش فاز مرز دانه‌ای را خاطر نشان کرد چرا که در دماهای بالا این فاز

ترک را دارند در اینجا نمی‌تواند در برابر ناپایداری ایجاد شده به واسطه گسترش سریع ترک در زمینه مؤثر واقع شوند و حتی دانه‌های سوزنی ضخیم شکسته شده و ترک مسیر مستقیم خود را ادامه می‌دهد.

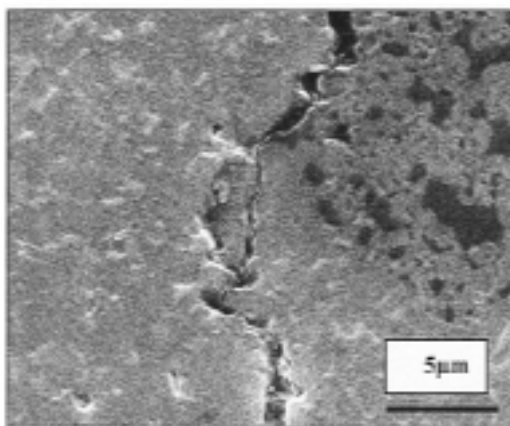
برای نمونه‌های C که ریز ساختاری با دانه‌های درشت و ترجیحاً هم محور داشته و D که شامل دانه‌های سوزنی و کشیده در زمینه درشت تر از آنچه برای نمونه B داشتیم، دارد رشد ترک تا حدودی مهار شده و شکست کمتر ترد است.

برای نمونه C در دمای ۱۰۰۰°C منحنی R از ۳/۵ Mpa<sup>1/2</sup> شروع و به ۴/۱۵ می‌رسد و برای D این تغییرات از ۲/۵ به ۵/۷ است در حالی که در ۸۰۰°C تقریباً این تغییرات برای هر دو صفر است. مشاهدات ریز ساختاری برای نمونه D آزمایش شده در ۱۰۰۰°C مکانیزم انحراف مسیر ترک و یا جلوگیری از گسترش ترک به واسطه متمرکز شدن نوک ترک در پشت

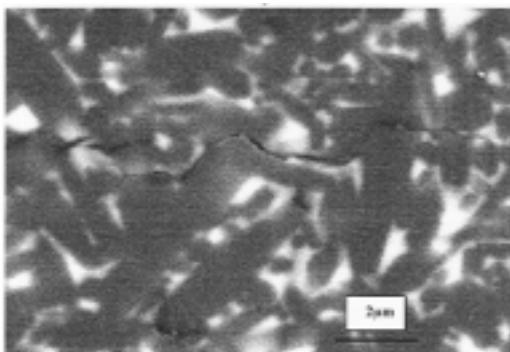




الف -



ب -



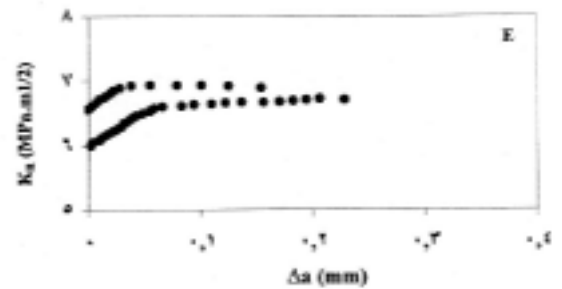
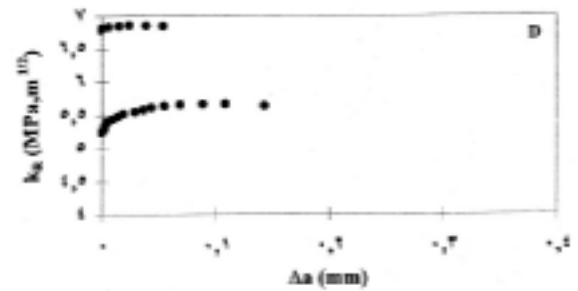
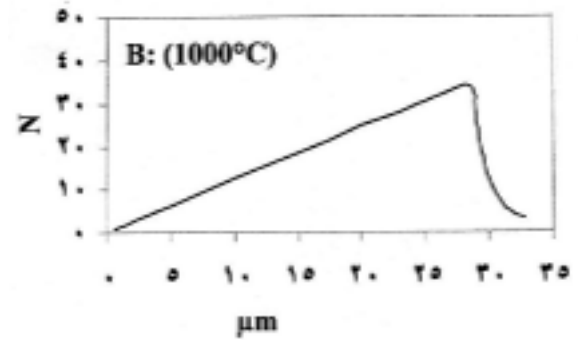
ج -

### شکل ۷- نمایش مکانیزمهای استحکام یافتگی

نمونه‌های D و E الف- تمرکز ترک در پشت مانع

ب- مسیر ماریچی ترک ج- انحراف مسیر ترک

میکروسکوپ الکترونی می‌توان این پدیده را به خوبی مشاهده کرد، شکل (۹). شکست کمتر ترد نمونه E که محتوی میزان مهمتری از فاز شیشه است مویلد پدیده ترمیم یافتگی ترک

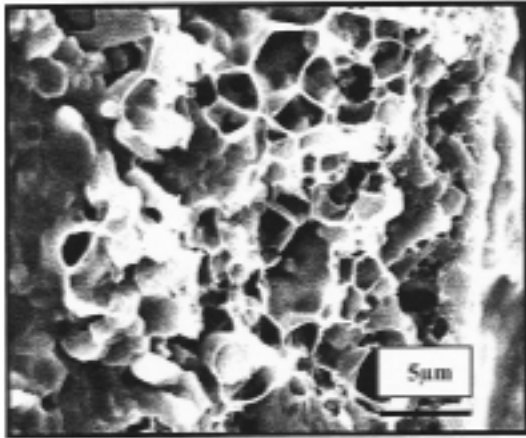


شکل ۶- منحنیهای R برای نمونه‌های D و E و منحنی

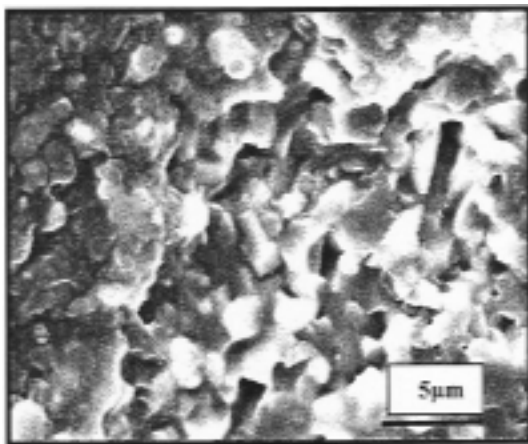
نیرو - جابه‌جایی برای نمونه B

باعث لغزش و جا به جایی مرز دانه‌ها می‌شود.

برای نشان دادن اثر فاز شیشه روی رفتار ترمومکانیکی نیترو سلیسیم در دمای بالا آزمایشات ترمومکانیکی در  $1000^{\circ}\text{C}$  با دو زمان نگهداری متفاوت انجام دادیم (۴۵ و ۹۰ دقیقه). برای نمونه‌ای که در زمان طولانیتری در  $1000^{\circ}\text{C}$  قرار می‌گیرد (۹۰ دقیقه) مطابق شکل (۸) یک گسترش ترک به طور قابل توجهی کنترل شده تر و شکستی کمتر ترد از خود نشان می‌دهد این رفتار را می‌توان به پدیده اکسیداسیون نیترو سلیسیم در جداره‌های سطوح شکست (جداره‌های ترک) و ترمیم یافتگی ترک به واسطه جریان یافتن فاز خمیری<sup>۷</sup> در داخل آن در دمای بالاتر و در زمان طولانیتر دانست. با مشاهده مسیر ترک توسط



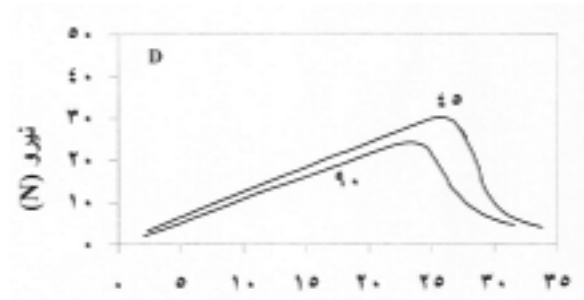
الف -



ب -

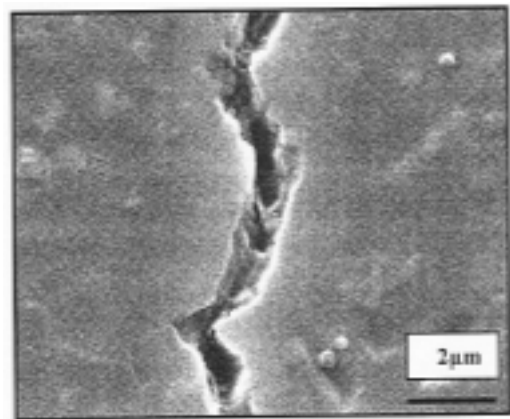
شکل ۱۰- مقاطع شکست برای نمونه C بعد از اینکه تحت آزمایش خمش سه نقطه‌ای در  $1000^{\circ}\text{C}$  قرار گرفته است الف - لبه داخلی قسمت شیار نخورده  
ب- نقطه‌ای در وسط نسبت به دو لبه داخلی و خارجی ضخامت شیار نخورده

عبارتی در دمای بالا این پلاستیسیته فاز مذاب است که از شکست ترد نیترو سلیسیم جلوگیری کرده و تا حدودی اثر منحنی R از خود نشان می‌دهد. در این حالت مکانیزمهای انحراف مسیر ترک و یا متمرکز شدن نوک ترک کمتر دیده می‌شود.



جابه جایی ( $\mu\text{m}$ )

شکل ۸- منحنی نیرو- جابه‌جایی برای نمونه D در  $1000^{\circ}\text{C}$  برای دو زمان نگهداری ۴۵ و ۹۰ دقیقه

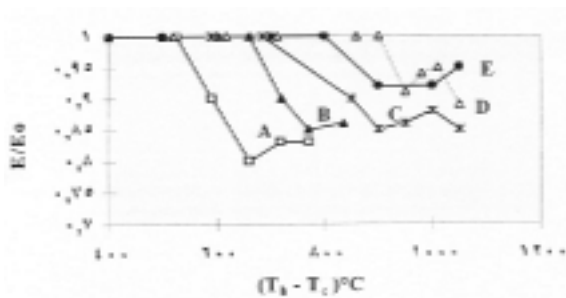


شکل ۹- تصویر میکروسکوپی برای نمونه E بعد

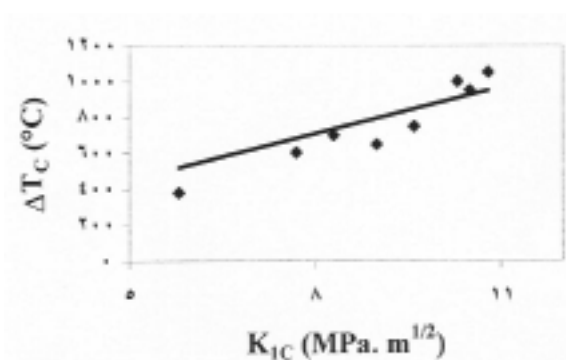
از اینکه تحت آزمایش خمش سه نقطه‌ای در  $1000^{\circ}\text{C}$  قرار گرفته است

است.

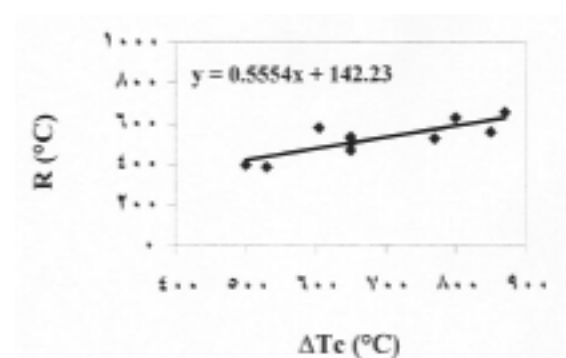
مشاهدات میکروسکوپی مقاطع شکست نمونه C در نقاط نزدیک به انتهای شیار که در تماس مستقیم گرما و هواست (آزمایش شده در  $1000^{\circ}\text{C}$ ) و در نقاط دورتر از آن همگی شکست بین دانه‌ای و مکانیزمهای استحکام دهی چون کشیدگی دانه‌ها از داخل فاز ویسکوز<sup>۷</sup> را نشان می‌دهند. با توجه به شکلهای (۱۰-الف و ب)؛ دیده می‌شود که دانه‌های نیترو سلیسیم کاملاً بوسیله فاز ویسکوز مرز دانه‌ای محاصره شده و پوششی از این فاز آنها را در بر گرفته است به طوری که کشیدگی این دانه‌ها از درون فاز ویسکوز هنگام گسیختگی نمونه یکی از مکانیزمهای استحکام دهی محسوب می‌شود. به



شکل ۱۱- تغییرات نسبی مدول یانگ بر حسب  $\Delta T$  اعمال شده



شکل ۱۲- مقادیر  $\Delta T_c$  در برابر  $K_{1C}$  برای نمونه‌های مختلف



شکل ۱۳- مقایسه  $\Delta T_c$  و اولین پارامتر شوک گرمایی برای نمونه‌های مختلف

طور متعادلتی در ضمن سیکلهای شوک گرمایی نسبت به نمونه‌های A و B و C از خود نشان می‌دهند.

این در حالی است که مطابق نظریه هاسولمان<sup>۳</sup> (رابطه<sup>۳</sup>) چهارمین پارامتر شوک گرمایی (نمونه‌های با استحکام شکست بالاتر می‌بایستی بعد از تشکیل ترک یک ناپایداری بیشتری در گسترش ترک و رفتار شکست ترد از خود نشان دهند). [۲].

### ۲-۳- رفتار ترمومکانیکی و مقاومت به شوک گرمایی نیترو سلیسیم

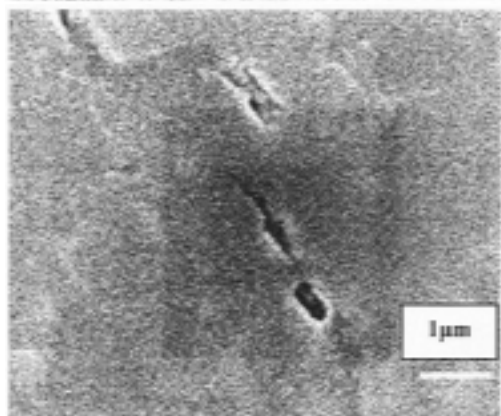
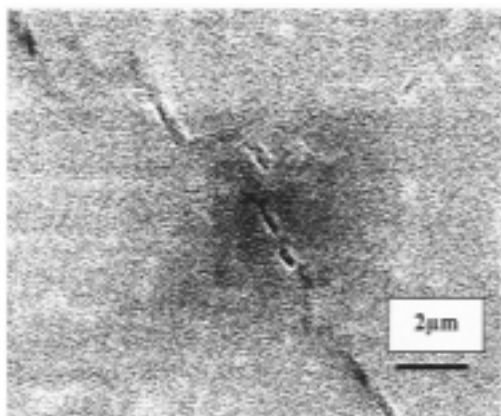
نتایج مربوط به سیکلهای شوک گرمایی توده‌ای بر روی نمونه‌های A, B, C, D, E در شکل (۱۱) آمده است. با توجه به این شکل دیده می‌شود که  $\Delta T_c$  برای نمونه‌های مختلف از  $400^\circ\text{C}$  الی  $1000^\circ\text{C}$  تغییر می‌کند به طوری که

$$\Delta T_c^A < \Delta T_c^B < \Delta T_c^C < \Delta T_c^D < \Delta T_c^E$$

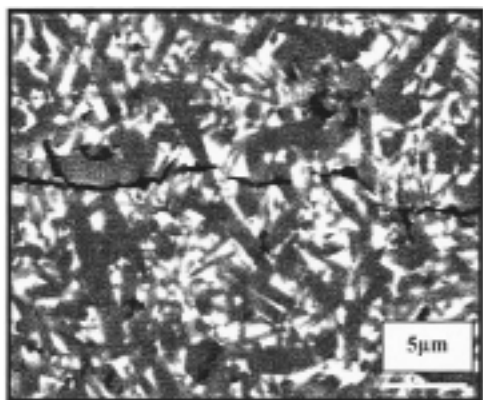
همان طور که قبلا دیدیم نمونه‌های D و E دارای ریز ساختاری با دانه‌های سوزنی با نسبت کشیدگی بالا بوده، شکل (۲) و جدول (۱)، و به همین علت از استحکام و تافنس بالا، جدول (۱)، و به دنبال آن طبق معادله (۱) از  $\Delta T_c$  بالاتری برخوردارند. مطابق شکل (۱۲) یک معادله خطی بین  $\Delta T_c$  و مقادیر  $K_{1C}$  برقرار است و این بدان معناست که پارامترهای مربوط به خواص گرمایی در معادله (۱) از نمونه به نمونه دیگر تقریبا دیگر ثابت بوده و وابستگی آنها به پارامترهای میکروسکوپی کم است.

اگر مقادیر  $\Delta T_c$  اندازه گیری شده را با مقادیر نظری R مقایسه کنیم در اکثر موارد سطح مقادیر نظری کمتر از مقادیر اندازه گیری شده است و یک رابطه تقریبا خطی بین آنها برقرار است، شکل (۱۳). وجود حبابهای گازی بر روی سطح مشترک نمونه و محیط خنک کننده (آب) و یا حضور یک قشر اکسیدی که در ضمن سیکل گرم کردن نمونه تشکیل می‌شود باعث کاهش نرخ انتقال گرما از طریق جا به جایی شده و در نتیجه از شدت شوک گرمایی می‌کاهد و می‌توان گفت که شوک گرمایی ملایمی داشته و بدین ترتیب  $\Delta T_c$  اندازه گیری شده بزرگتر از مقدار واقعی آن است.

با توجه به شکل (۱۱) اگر رفتار نمونه‌ها را در سیکلهای شوک گرمایی با  $\Delta T > \Delta T_c$  مورد مطالعه قرار دهیم مشاهده می‌کنیم که برای نمونه‌های با  $\Delta T_c$  بزرگتر میزان کاهش خواص مکانیکی نسبت به آن  $\Delta T$  کمتر است، شکل (۱۱). به عبارتی نمونه‌های D و E که استحکام شکست بالاتری دارند، جدول (۱)، آسیب دیدگی کمتری را داشته و گسترش ترک به



الف-

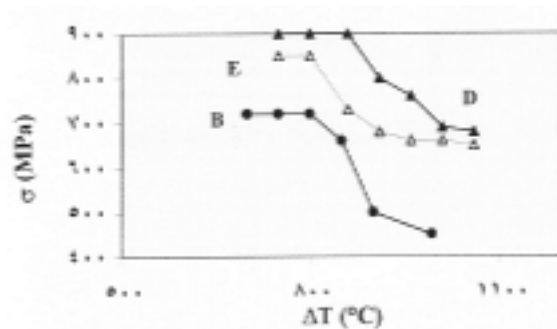


شکل ۱۵- پدیده ترمیم ترک روی نمونه‌های تحت عملیات

حرارتی الف - شوک گرمایی با  $\Delta T = 750^\circ C$

ب- بازپخت در  $1200^\circ C$  تحت اتمسفر خلا

برای بررسی بیشتر این پدیده مطالعات میکروسکوپی را بر روی نمونه‌هایی که سیکل‌های شوک گرمایی بر روی آنها اجرا شده و آسیب دیدگی کلی پیدا کرده‌اند انجام گرفت. تصاویر میکروسکوپی حاصله، شکل (۱۵)، تایید کننده موضوع پدیده



شکل ۱۴- تغییرات استحکام شکست نمونه‌های B، D و E

نسبت به  $\Delta T$  برای سیکل‌های شوک گرمایی مختلف

دلیل این مغایرت را می‌توان به صورت زیر بیان کرد:

اولاً برای ریز ساختارهای D و E، شکل (۲)، وجود یک ساختار خود تقویتی (توزیع دوگانه از اندازه دانه: زمینه ریز دانه که دانه‌های سوزنی با نسبت کشیدگی بالا در آن پراکنده شده باشند) باعث حضور انواع مکانیزم‌های استحکام دهی و در نتیجه ایجاد یک پایداری در گسترش ترک می‌شود. ثانیاً پدیده ترمیم ترک به وسیله فاز ویسکوز در مرز دانه‌ها همراه با پدیده اکسیداسیون نیتروژن سیلیسیم در دمای بالا به خصوص در حالت شوک توده‌ای که بر روی نمونه چندین سیکل گرمایی انجام می‌شود نقش موثری بر روی رفتار شوک یا خستگی گرمایی بازی می‌کنند. در حقیقت در سیکل‌های آخر عمل شوک گرمایی بر روی نمونه‌ای که قبلاً پدیده اکسیداسیون و یا ترمیم ترک به وسیله فاز شیشه در آنها صورت گرفته انجام می‌گیرد، به همین علت برای نمونه‌هایی که  $\Delta T_c$  بالایی دارند و سیکل‌های شوک گرمایی در دماهای بالا صورت می‌گیرد منحنی‌های  $E - \Delta T$  شیب کمتری داشته و رفتار گسترش ترک پایداری دارند و حتی در دماهای بالاتر منحنی‌های  $E - \Delta T$  صعود می‌کنند، شکل (۱۱)، که نشان دهنده بالاتر بودن سرعت ترمیم ترک به وسیله فاز شیشه از سرعت ایجاد ترک جدید است.

در صورتی که در حالت شوک گرمایی ساده این حالت وجود ندارد و ناپایداری در رشد ترک مشاهده می‌شود و زیاد بودن شیب منحنی‌های  $E - \Delta T$  موبد این رفتار است (مقایسه شکل‌های (۱۱) و (۱۴)).

ترمیم ترک به وسیله فاز ویسکوز است. این در حالی است که مشاهدات میکروسکوپی نمونه‌های باز پخت شده تحت اتمسفر خلا هیچ گونه پر شدگی ترک به وسیله فاز ویسکوز را نشان نمی‌دهند (بر روی سطح این نمونه‌ها ترکهایی توسط عامل نفوذ کننده الماسی ویکرز ایجاد شده ( $F=98N$ ) و سپس مورد باز پخت در دمای  $1200^{\circ}C$  تحت اتمسفر خلا قرار گرفتند). این مشاهدات موید اکسیداسیون نیترو سلیسیم در جداره‌های ترک و به دنبال آن تشکیل فاز شیشه در منافذ ترک است. به عبارتی این پدیده اکسیداسیون است که منشا ترمیم ترک به وسیله فاز ویسکوز است.

#### ۴- نتیجه گیری

با توجه به آنچه برای نمونه‌های A و B و C و D و E گفته شد می‌توان شرایط اساسی برای اینکه نمونه شکست کمتر ترد و در نتیجه مقاومت به گسترش ترک بالاتر داشته باشد به صورت زیر عنوان کرد:

۱- حضور دانه‌های ضخم و کشیده با نسبت کشیدگی قابل توجه که در زمینه‌ای از دانه‌های هم محور و نسبتاً ریز پراکنده شده باشند، اگر زمینه خیلی ریز باشد باعث ناپایداری در رشد

#### واژه‌نامه

- |                         |                         |              |
|-------------------------|-------------------------|--------------|
| 1. auto – reinforced    | 4. toughness            | 7. viscous   |
| 2. reinforced mechanism | 5. r-curve              | 8. Hasselman |
| 3. elongated grain      | 6. Shenck-Trebel(R:25T) |              |

#### مراجع

- Clarke, D. R., *Progress in Nitrogen Ceramics*, Edited by L. Riley, Boston: Niihoff, P.421-426,1983.
- Hoffmann, M.J., Schneider G. A., and Petzow G., "The Potential of  $Si_3N_4$  for Shock applicatios- Thermal Shock and Thermal Fatigue Behaviour of Advanced Ceramics," Edited by Schneider and petzow, Boston, Kluwer Academic, PP. 49 –58,1993.
- Riley, F.L., "Production, Properties and Application of Silicon Nitride Ceramics," *World Ceramics*, Vol. 22, PP. 85-95,1985.
- Ziegler, G., *Progress in Nitrogen Ceramics*, Edited by L. Rliey, Boston, Nijhoff, P.565, 1983.
- Becher, F., "Microstructural Design of Toughened Ceramic," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 74. No. 2, PP. 255-69, 1991.
- Jahanmik, XU, H.H.K., Leves, S., L.K., Job, L.S., and Ritchie, K.T., "Short –Crack Toughness and A brasive Machining of Siliceon Nitride" *J. Am Ceram. Soc*, Vol. 79, No. 12, PP. 3055-3064, 1996.
- Sajgalik, P., Dusza J., and Hoffmann, J.,-Relation Between Microstructure, Toughening Mechanisms, and Fracture Toughness of Reinforced Silicon Nitride Ceramics," *J. Am Ceram. Soc.*, Vol. 78, No.10, PP. 2619-24, 1995.
- Bhaduri, "An Interpretation of Thermal Shock Resistance Parameter R" in Light of R-Curve

ترک می‌شود.  
۲- وجود یک همگنی در اندازه دانه‌های زمینه به عبارتی یک توزیع باریک در اندازه دانه‌ها  
۳- وجود فاز شیشه در دمای بالا نقش موثر در جا به جایی مرز دانه‌ها و لغزش آنها و در نتیجه ایجاد یک تغییر شکل پلاستیک دارد ولی به طور کلی برای نیترو سلیسیم افزایش تافنس (افزایش  $K_R$  در مقابل اندازه ترک) حتی در دماهای بالا ( $1000^{\circ}C$ ) ناچیز بوده و شکست آن ترجیحاً ترد است و اثر منحنی R به طور قابل توجهی مشاهده نمی‌شود و اثر نسبتاً ضعیفی هم که ظاهر می‌شود تماماً مربوط به نقش استحکام دهی دانه‌های سوزنی شکل کشیده نیست بلکه می‌تواند به ویسکوزیته فاز شیشه نسبت داده شود.

مطابق با نظریه هاسولمان برای مواد مقاومت مکانیکی بالاتر می‌بایستی شکست ناپایدارتر یا تردتر باشد در حالی که در این تحقیق این مواد آسیب دیدگی ضعیفتری در ضمن سیکلهای شوک گرمایی از خود نشان می‌دهند. این رفتار را می‌توان براساس دخالت پدیده‌های اکسیداسیون و ترمیم عیوب و یا ترک در دماهای بالا توضیح داد چرا که  $\Delta Tc$  برای این مواد در سطح دمایی بالایی قرار دارد.

- Behavior," *J. Mater. Sci. letters*, Vol. 12, PP.564-595, 1993.
9. Lutz, H. E., and Swain M. V."Interrelation Among Flaw Resistance, K<sup>R</sup>-curve Behavior and Thermal Shock Strength Degradation in Ceramics II. Experiment," *J. Euro. Ceram. Soc.*, Vol. 8, PP. 365 - 374, 1991.
  10. Steinbresh, R.W., "R-Curve Behavior of Ceramics," *Fracture of Mechanics of Ceramics*, Vol. 9, PP.187-208, 1992.
  11. Kim, Y.W., Mitomo, M., and Hiosakin., N., "R-Curve Behavior of Sintered Silicon Nitride," *J. Mater. Sci.*, Vol .30, PP. 4043-4048, 1995.
  12. Kim, Y.W., Mitomo M. and Hiosakin, N., "R-Curve Behavior and Microstructure of Sintered Silicon Nitride" *J. Mater. Sci.*, Vol. 30, PP.5178-5184, 1996.
  13. Pyzik, A. J., and Beaman, D.R, "Microstructure and Properties of Self-Reinforced Silicon Nitride." *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 76, No, PP. 2737-44,1993.
  14. Li, C. W., Leed, J., and Luis, C, R-Curve Behavior and Strength for in-Situ Reinforced Silicon Nitrides with Different Microstructures," *Am. Ceram. Soc.*, Vol. 75, No.7 , P. 1777-85,1992.
  15. Li, C., Lui, S., Goldacker J." Relation Between Strength, Microstructure, and Grain-Bridging Characteristic in Situ Reinforced Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 65, No. 1, PP. 449-59,1982.
  16. Bodur, C.T., R-Curves of an Yttria and Alumina Doped Hot Pressed Silicon Nitride Ceramic at 1200°C and Room temperature ,"*J. mat. Sci.*, Vol.30, PP. 980-988, 1995.
  17. Chevalier, J., "Etude de la Propagation des Fissures dans une Zircone 3Y-TZP pour Application Biomedicales," These Doctorat, Institut Natinal des Science Appliquees de Lyon-France, P. 161,1996.
  18. Saadoui, M., "Contribution a Letude du Comportment Thermomecanique des Materiaux Ceramiques a Effete de Courbe R: Choc et Fatigue Thermiques," These Doctorat, Institut National des science Appliquees de Lyon-France, P.173,1996.