

تحلیل و بررسی چقرمگی شکست با استفاده از فرورونده ویکرز در سرامیک‌های نانوکامپوزیت Al_2O_3-SiC

علیرضا مرادخانی^۱ حمیدرضا بهاروندی^۲ مهدی تاجداری^۳ عباس وفايي صفت^۴
Moradkhani.alireza@yahoo.com

پذیرش مقاله: ۹۰/۰۲/۱۰

دریافت مقاله: ۸۹/۱۲/۰۲

چکیده:

ویژگی عمده سرامیک‌ها، تردی زیاد یا چقرمگی شکست کم آنها در مقایسه با سایر مواد است که در عمل تعیین عدد مذکور یکی از ملاک‌های مهم جهت طراحی و کاربرد آنها به حساب می‌آید. در این مقاله شیوه‌ای نو در جهت تعیین چقرمگی شکست سرامیک‌ها ارائه شده است که در جهت کاهش هزینه‌های ناشی از تعیین چقرمگی شکست، نسبت به روش‌های پیشین نقشی موثر دارد. به عبارتی این تحقیق، منجر به پی بردن به شرایط بهینه طراحی با کاهش هزینه‌های ناشی از تعیین خواص مورد استفاده مواد سرامیکی در انواع صنایع می‌شود. از اینرو و با توجه به قیمت پایین و سهولت دسترسی به آلومینا (Al_2O_3) که به طور وسیعی در انواع صنایع سرامیکی کاربرد دارد، از این ماده به عنوان ماده پایه در جهت رسیدن به هدف مورد نظر استفاده فراوانی شده است. آلومینای خالص با داشتن خواص عالی مانند دیرگدازی و سختی بالا، دارای معایبی مانند چقرمگی شکست کم می‌باشد که با محدوده گسترده‌ای از انواع افزودنی‌ها، برای بهبود خواص مکانیکی، به زمینه آلومینا اضافه می‌شود. یکی از این افزودنی‌ها می‌تواند نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) باشد. در مقاله حاضر پودر میکرونی آلومینا حاوی ۰/۰۵٪ وزنی نانو اکسید منیزیم به طور جداگانه و نیز همراه با مقادیر مختلف نانوذرات کاربید سیلیسیم شامل ۲/۵، ۵، ۷/۵، ۱۰ و ۱۵٪ مخلوط گردید. تا با ساخت انواعی از سرامیک‌هایی که خواص فیزیکی و مکانیکی متفاوتی را دارا می‌باشند؛ معادله نیمه تجربی برای تعیین مقدار چقرمگی شکست آنها ارائه کرد و استفاده از این معادله را برای دیگر مواد ترد بسط داد. این معادله باعث کاهش هزینه‌های ناشی از انجام آزمایشات در تعیین چقرمگی شکست مواد ترد مختلف خواهد شد.

کلید واژه:

چقرمگی شکست - سرامیک - نانو کامپوزیت - سختی ویکرز - آلومینا - کاربید سیلیسیم - مواد ترد

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشکده مکانیک و هوافضا، تهران، ایران

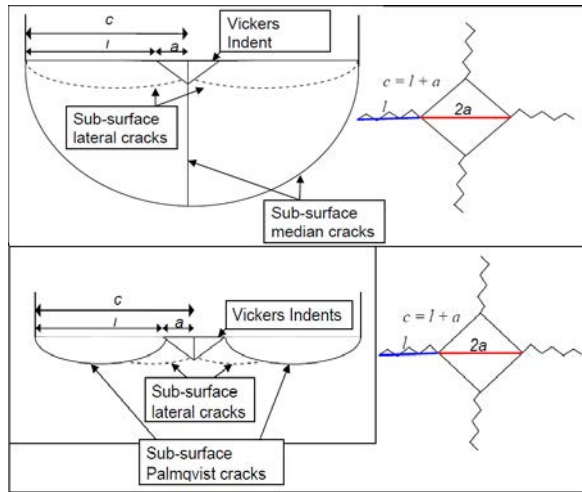
۲- دانشیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد، تهران، ایران baharvandee@yahoo.com

۳- دانشیار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات اراک، دانشکده مهندسی مکانیک، اراک، ایران tajdari@yahoo.com

۴- دانشیار، دانشگاه امام حسین (ع)، دانشکده مهندسی مکانیک، تهران، ایران abbas_v@yahoo.com

۱- مقدمه

دهنده نصف قطر بخش فرورفته در نمونه و c مجموع a , l می‌باشد. باید به این نکته توجه داشت که این مقادیر، میانگین هر چهار ترک شعاعی در اطراف بخش فرو رفته می‌باشد. یعنی مقدار c , l بکار گرفته شده، همان میانگین طول هر چهار ترک شعاعی می‌باشند. بر طبق تحقیقات آنستیس [۲] فرض بر این بنا نهاده شده که نسبت c/a بیانگر نوع سیستم ترک می‌باشد.



شکل (۱) مدل ترک نیم‌سکه‌ای (بالا) و پالمکوئیست (پایین)

در یک قرارداد عمومی نیز فرض بر این بنا نهاده شده که اگر نسبت بین $c/a \geq 2$ باشد، آنگاه مدل ترک، مدل نیم‌سکه‌ای در نظر گرفته می‌شود و اگر $c/a < 2$ باشد، آنگاه مدل ترک بعنوان مدل پالمکوئیست در نظر گرفته خواهد شد [۱۷]. بعلاوه ممکن است مدل ترک، از مدل ترک پالمکوئیست به مدل نیم‌سکه‌ای تغییر یابد که به علت بارگذاری‌های تدریجی و بالا اتفاق می‌افتد (۹۰-۱۰۰g) [۶]. البته بحث‌ها و دیدگاه‌های متفاوتی در مورد مقدار این نسبت و تشخیص نوع سیستم ترک وجود دارد. بعنوان مثال بات [۷] پیشنهاد کرد که اگر $c/a \geq 3$ باشد آن را مدل نیم‌سکه‌ای باید فرض کرد و در صورتی که $c/a < 3$ باشد آن را پالمکوئیست در نظر گرفت. در مقالات بعدی بات و همکارانش [۸] پیشنهاد دادند که اگر نسبت $c/a \geq 2.5$ باشد، معرف مدل نیم‌سکه‌ای و اگر $c/a < 2.5$ باشد، مدل پالمکوئیست فرض شود. دوب [۹] پیشنهاد داد که عدد حد مرز این نسبت جهت برقراری مدل‌ها 2.1 باشد.

بطور کلی یک فرض کلی و مشترکی که بر این دسته‌بندی‌ها حاکم است، بر این مبنا است که مواد ترد با چقرمگی نسبی پایین بعنوان مدل ترک نیم‌سکه‌ای در نظر گرفته می‌شوند و مواد ترد با چقرمگی نسبی بالا را می‌توان مدل ترک پالمکوئیست در نظر گرفت [۱۷].

تاکنون روش‌های گوناگونی برای اندازه‌گیری چقرمگی شکست سرامیک‌ها ابداع شده است که اکثر آنها و بدلیل مشکلات فروان در آماده‌سازی نمونه‌های سرامیکی و یا پر هزینه بودن آنها محدود می‌باشند. مشکل عمده دیگر پراکندگی داده‌های حاصله از این آزمایش‌هاست که تکرارپذیری آنها را دشوار می‌سازد. لذا روش جدیدی که در چند دهه اخیر برای حل این مشکل رایج شده استفاده از اثر فرورونده‌ها است که عموماً جهت تعیین چقرمگی شکست برای مواد ترد کاربرد دارند [۱]. در این روش ترک‌های کوچک سطحی با اندازه و شکل کنترل شده به آسانی توسط انواع فرورونده‌ها تحریک می‌شوند که سیستمی از ترک‌های ناشی از اثر بجا مانده از فرورونده در نمونه ایجاد می‌کند. در نهایت شکل‌شناسی^۱ این ترک‌ها منجر به تعیین چقرمگی شکست نمونه‌ها می‌شود [۲].

ظهور این ایده که تعیین چقرمگی شکست در مواد ترد با استفاده از تکنیک بررسی اثر فرورونده‌ها امکان‌پذیر است، توسط پالمکوئیست^۲ [۲] در سال ۱۹۵۷ شکل گرفت. او پی برد که با ایجاد یک فرورفتگی در سطح مواد ترد، ترک‌هایی در اطراف نوک قسمت فرورفته حاصل می‌شود که به کمک آن می‌توان چقرمگی شکست مواد ترد را بطور تقریبی محاسبه نمود. پالمکوئیست [۳] توانست با بکارگیری الماس سختی سنجی ویکرز ارتباطی بین متغیرهای چقرمگی شکست و پارامترهای قابل اندازه‌گیری برقرار کند. پس از آن محققین بسیاری [۱۶ - ۴] در این راستا قدم برداشتند و روابطی را در جهت تعیین این خاصیت مکانیکی بیان کردند که مبنای کار آنها استفاده از رابطه معروف گریفیت در تئوری شکست است.

۲- مروری بر معادلات حاکم

بر طبق اطلاعات موجود، ترک‌های ایجاد شده در اطراف بخش فرورفته تست ویکرز در نمونه را به مدل نیم‌سکه‌ای^۳ و مدل پالمکوئیست تقسیم بندی می‌کنند [۴]. اختلاف بین این دو، تنها در زیر ساختار ترک‌های شکل گرفته در نمونه می‌باشد. در مدل نیم‌سکه‌ای طول ترک‌ها را از مرکز قسمت فرورفته و بشکل شعاعی فرض می‌کنند. در حالی که در مدل پالمکوئیست طول ترک‌های شکل گرفته را تنها از نوک انتهای بخش فرورفته فرض می‌کنند [۳]. در شکل (۱) تفاوت این دو مدل مشخص شده است.

متغیرهای موجود در شکل (۱) شامل c , a , l هستند. l نشان دهنده طول ترک از نوک بخش فرورفته در نمونه تا انتهای آن، a نشان

1- Morphology
2- Palmqvist
3- Half-penny

$$K_{IC} = \beta \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \left(\frac{E}{H} \right)^n \quad (3)$$

$$K_{IC} = \beta \left(H \frac{P}{4L} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

در روابط فوق، P میزان بارگذاری، c مقدار طول ترک، E مدول یانگ، Hv سختی ویکرز و مقادیر β و n پارامترهای بی‌بعدی هستند که به طریق تجربی حاصل می‌شوند. بر حسب نتایج دیگر محققین [۴ و ۱۳ و ۱۶ و ۱۷] مقدار n عموماً برابر ۰/۵ در نظر گرفته می‌شود. مقادیر β نیز نتایج حاصل از تلاش تجربی محققین برای مواد با تردی بالا با خواص مکانیکی متفاوت است. در جدول (۱) برخی از این روابط معروف که برای مدل نیم‌سکه‌ای ارائه شده، مشاهده می‌شوند.

جدول (۱). برخی معادلات ارائه شده برای چقرمگی شکست

مواد ترد بر حسب $Mpa \cdot \sqrt{m}$

شماره	معادله	مدل ترک	مرجع
۵	$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}$	Half-penny	[۴]
۶	$K_{IC} = 0.018 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}$	Half-penny	[۱۳]
۷	$K_{IC} = 0.0752 \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}$	Half-penny	[۱۴]
۸	$K_{IC} = \left(Hva^{\frac{1}{2}} \right) \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{2}{5}} 10^y$	Half-penny	[۱۵]
۹	$K_{IC} = 0.0089 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{P}{ac^{\frac{1}{2}}} \right)$	Half-penny	[۱۱]
۱۰	$K_{IC} = 0.0889 \left(\frac{Hv.P}{\sum_{i=1}^4 c_i} \right)^{\frac{1}{2}}$	Half-penny	[۱۲]
۱۱	$K_{IC} = 0.4636 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{P}{a^{\frac{3}{2}}} 10^F$	Half-penny	[۱۵]
۱۲	$K_{IC} = 0.014 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}$	Half-penny	[۱۶]

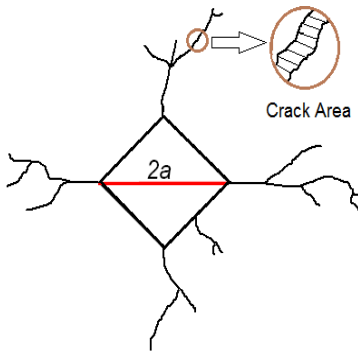
در معادلات موجود در جدول (۱) مقادیر y و F برابرند با:

همچنین برخی مواد ترد را می‌توان در هر دو مدل و بسته به شرایط میزان بارگذاری فرورونده در نظر گرفت. برای بارگذاری‌های پایین، مدل را پالمکویست و برای بارگذاری‌های بالا، نیم‌سکه‌ای فرض می‌کنند. مقدار دقیق این نسبت به مقدار تردی مواد بستگی دارد [۱۰]. معادلات ارائه شده در راستای تعیین چقرمگی شکست با استفاده از الماس ویکرز بالغ بر ۲۰ رابطه می‌باشد که همگی آنها از راه نیمه تجربی حاصل شده‌اند. بدین معنا که ضرائب موجود در این معادلات را از طریق آزمایش و سعی و خطا بدست آورده‌اند و همگی آنها بر وجود پارامتر طول ترک تاکید دارند. دسته‌بندی‌های مختلفی را می‌توان برای این روابط ارائه کرد [۱۸]. یکی از آنها توسط یانت [۱۷] بنا نهاده شده و مبنای آن، بررسی انواع پارامترهای بکار رفته در روابط است. از اینرو تمامی معادلات مربوطه را می‌توان برحسب پارامترهای بکار گرفته شده در معادلات، به چند دسته کلی طبقه‌بندی کرد. در دسته اول چقرمگی شکست با بکارگیری پارامترهای میزان بارگذاری و میانگین طول ترک‌ها تعیین می‌شود. در دومین دسته از معادلات چقرمگی شکست، سختی ویکرز و نصف قطر اثر بخش فرورفته نیز مورد توجه هستند. در سومین گروه، مدول الاستیسیته نیز به معادلات اضافه می‌شود. بر حسب تجربه خروجی‌های این دسته از معادلات، دقیقترین مقادیر مقدار چقرمگی شکست را نسبت به سایر روشهای مرسوم برای مواد با تردی بالا را ارائه می‌دهند. در دسته چهارم، چقرمگی شکست در موادی که پس از انجام تست، مقدار طول ترک‌های شعاعی بسیار کوچک است، بررسی می‌شود (مقادیر پایین c/a). این دسته از معادلات برای تعیین چقرمگی مواد ترد با نسبت تردی کمتر است. در واقع دسته چهارم از معادلات برای تعیین چقرمگی شکست به روش پالمکویست منظور می‌شوند. اگرچه می‌توان با کاهش مقدار ضریب تجربی بی بعد در معادله، معادلات مدل ترک نیم‌سکه‌ای را به پالمکویست تبدیل کرد [۱۷]. در هر حال گسترش این گونه معادلات، همسو با معادلات مدل نیم‌سکه‌ای می‌باشند، اما تفاوت‌هایی با یکدیگر دارند [۱۸]. زیرا طول ترک در مدل پالمکویست نسبت به مدل نیم‌سکه‌ای کوچکتر است و در نتیجه بر معادلات حاکم محدودیتهایی خاص ایجاد می‌کند. از اینرو پارامترهایی همچون مقاومت ترک در پیشرفت مکانیک شکست تاثیرگذار است [۹ و ۱۰]. روابط (۱) تا (۴) بیانگر فرم کلی دسته‌بندی‌های بیان شده می‌باشند.

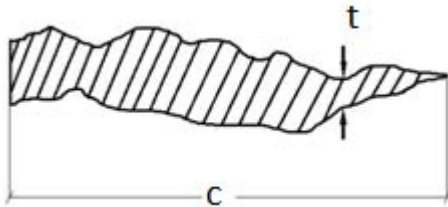
$$K_{IC} = \frac{P}{\beta c^{\frac{3}{2}}} \quad (1)$$

$$K_{IC} = \beta.H \frac{a^2}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2)$$

از اینرو اگر پروفیل یک میکروتورک شکل گرفته در نمونه را همانند فرم کلی شکل (۳) در نظر گرفت و مقدار این مساحت را برابر با یک مستطیل با طول C و ضخامت t_{Ave} قرار داد، رابطه (۱۳) بدیهی می‌شود. در رابطه (۱۳) C طول ترک، A مساحت میکروتورک و t_{Ave} میانگین ضخامت میکروتورک می‌باشد. از آنجایی نمونه نانوکامپوزیت Al_2O_3-SiC تردی بالایی را داشته و نتایج نسبت c/a مقدار بالایی را دارد [۴]؛ لذا استفاده از روابطی که بیانگر مدل نیم‌سکه‌ای هستند، پیشنهاد می‌شود.



شکل (۲): مدلی از ترک‌های نامنظم در اطراف بخش فرورفته



شکل (۳): پروفیل کلی میکروتورکهای شکل گرفته در نمونه

$$c = \frac{A}{t_{Ave}} \quad (13)$$

رابطه (۳) از این دسته از معادلات، برخی خواص ذاتی ماده نظیر مدول الاستیسیته و سختی را در بردارد. در نتیجه دقیقترین خروجی‌های چقرمگی شکست از این معادله کلی استخراج می‌شود [۱۷]. بنابراین با ترکیب روابط (۳) و (۱۳) رابطه (۱۴) حاصل می‌شود.

$$K_{IC} = \beta \cdot \left(\frac{E}{Hv}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot t_{Ave}^{\frac{3}{2}} \cdot \frac{P}{A^{\frac{3}{2}}} \quad (14)$$

در رابطه (۱۴) مقادیر K_{IC} ، P ، A ، t_{Ave} ، E ، Hv به ترتیب بیانگر مقدار سختی ویکرز نمونه بر حسب GPa ، مدول الاستیسیته نمونه بر

$$y = -1.59 - 0.34x - 2.02x^2 + 11.23x^3 - 24.97x^4 + 15.32x^5$$

$$F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 - 24.97B^4 + 16.32B^5$$

و مقادیر x و B برابرند با:

$$B = x = \text{Log}\left(\frac{c}{a}\right)$$

با وجود اینکه این روش از لحاظ سادگی و جنبه اقتصادی در سال‌های اخیر مورد توجه و اهمیت فراوان واقع شده؛ اما دارای خطای قابل ملاحظه‌ای نسبت به سایر روش‌های مرسوم تست چقرمگی همچون روش $SEVNB^1$ ، $SENB^1$ می‌باشد. علت این امر در بسیاری از موارد در اثر دو عامل اصلی میزان بارگذاری بالا در الماس ویکرز و ناخالصی‌های موجود در ساختار نمونه بوده که باعث رشد ترک‌های نامنظم در اطراف بخش فرورفته می‌شوند و در صورتی که میزان بارگذاری بیشتر باشد پدیده ایجاد تراشه^۳ در نمونه رخ خواهد داد [۴]. در نتیجه استفاده از معادلات حاکم ذکر شده همراه با خطای قابل ملاحظه‌ای از مقدار خروجی چقرمگی شکست، نسبت به سایر روش‌ها را در پی دارد. از اینرو با کنترل میزان بارگذاری و تکرار روند آزمایش با سعی و خطا می‌توان به نمونه با ترک استاندارد شعاعی دست یافت [۴]. ولی روند تکرار آزمایش تا حدودی با صرف هزینه و زمان بیشتری همراه است. از طرفی مهمترین عاملی که باعث ایجاد خطا در محاسبات به روش استفاده از تست فرورفتگی می‌شود، صرف نظر نمودن از ترک‌های فرعی تشکیل یافته کوچکی است که ممکن است در اطراف بخش فرورفته در نمونه ایجاد شده باشد و باعث آن می‌شود که مقدار خروجی چقرمگی شکست با استفاده از این معادلات، با خطا روبرو گردد [۱۷].

۳- تئوری مسئله

شکل (۲) بیانگر مدل کلی از اثر بجا مانده از تست چقرمگی شکست مواد ترد با استفاده از فرورونده ویکرز می‌باشد که در آن دیگر رشد ترک بشکل شعاعی نبوده و ترک‌ها در هر جهتی شروع به رشد کرده و یا هر ترک به چندین ترک کوچکتر تقسیم شده است. از آنجایی که در اکثر مواد ترد، رشد ترک در نمونه به هر شکلی امکان پذیر بوده و در عمل بیشتر بشکل نامنظم منتشر می‌شوند [۴]؛ اگر بجای استفاده از پارامتر طول ترک، مقدار سطح اثر ترک در معادلات گنجانده شوند، دیگر الزامی به شعاعی بودن ترک‌ها نیست. بشرط آنکه سطح اثر تمامی میکروتورک‌های تشکیل یافته در نمونه، در معادله تعیین چقرمگی شکست منظور می‌شوند.

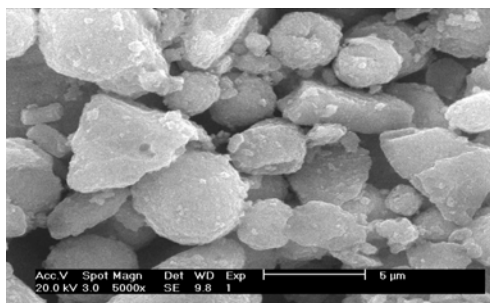
1- Single Edge Notched Beam
2- Single Edge V-Notched Beam
3- Chipping

در شکل (۴) تصویر ریزساختار پودر آلومینا با میکروسکوپ الکترونی روبشی^۲ نشان داده شده است که بیانگر وجود ذرات با اندازه‌ای در حدود ۵ μm در آن است.

نانوپودر کاربید سیلیسیم بکار رفته با فاز α-SiC و متوسط ابعاد ۸۰ nm با خلوص ۹۶/۵٪ می‌باشد. پودر اکسید منیزیم مورد استفاده نیز حاصل از تجزیه حرارتی اگزالات آمونیوم و سولفات منیزیم با اندازه ذرات کمتر از ۱۰۰ nm می‌باشد که حاصل فعالیت پژوهشی احمدزاده و همکارانش [۲۱] است. جدول (۳) بیانگر ترکیب شیمیایی ناخالصی‌های موجود در نانوپودر کاربید سیلیسیم است.

جدول (۲): آنالیز شیمیایی پودر میکرونیزه آلومینای اولیه

درصد وزنی	نوع ترکیب
>۹۹/۶	Al ₂ O ₃
<۰/۱	Na ₂ O
<۰/۰۳	Fe ₂ O ₃
<۰/۰۵	SiO ₂
<۰/۰۰۵	TiO ₂
<۰/۰۵	CaO
<۰/۱	MgO



شکل (۴): تصویر ریز ساختار پودر آلومینا

جدول (۳): ترکیب شیمیایی ناخالصی‌های موجود در نانوپودر کاربید سیلیسیم اولیه

درصد وزنی	نوع ترکیب
۰/۵۸	C آزاد
۰/۲۲	SiC آزاد
۰/۰۳	Al
۳/۵	O

روش تهیه سرامیک Al₂O₃-SiC بدین ترتیب است که پس از توزین مواد اولیه، سوسپانسیون مخلوط آنها با ایزوپروپانول آماده شده و

حسب GPa، ضخامت میانگین کل میکروتترک‌های تشکیل یافته در اطراف بخش فرورفته در نمونه بر حسب mm، مساحت سطح اثر کل میکروتترک‌های تشکیل یافته در اطراف بخش فرورفته بر حسب mm²، میزان بارگذاری الماس و ویکرز بر حسب نیوتن و چقرمگی شکست یا مقدار بحرانی فاکتور شدت تنش در مود اول شکست بر حسب Mpa.√m هستند. مقدار n موجود در معادله (۳) نیز برابر ۰/۵ فرض شد. مقدار β بیانگر ضریب ثابت تجربی بی‌بعد بوده که از طریق سایر روش‌های مرسوم تست چقرمگی شکست حاصل می‌شود. برای این منظور رابطه (۱۴) بصورت (۱۵) بازنویسی می‌شود.

$$\beta = K_{IC} \cdot \left(\frac{Hv}{E} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{A^{\frac{3}{2}}}{P_{\text{ave}}^{\frac{3}{2}}} \quad (15)$$

برای محاسبه مقدار β از همان تکنیک‌های گذشته بهره گرفته می‌شود. زیرا ماهیت این ضریب، همان ماهیت ضریب بدست آمده در پژوهش دیگر محققین [۱۶ - ۱۱ و ۴] است. بدین گونه که ابتدا مقدار چقرمگی شکست را از دیگر روش‌های مرسوم تعیین کرده و مقدار بارگذاری مشخص، میزان مساحت و ضخامت میانگین سطح اثر ترک‌ها را با استفاده از نرم افزار Image Analyzer برای نمونه‌ها بدست آورده و مقادیر سختی نمونه‌ها با روش ویکرز و براساس استاندارد ASTM C1327 [۱۹] محاسبه می‌شود. مدول الاستیسیته نمونه‌های نانو کامپوزیت نیز بر پایه استاندارد ASTM C769 [۲۰] براساس تغییرات سرعت صوت در ماده نمونه بدست می‌آید و در رابطه (۱۵) جایگزاری می‌شود. با داشتن تمامی مقادیر سمت راست از معادله، مقدار β با یک بازه خطای متغیر کوچک، برای همه سرامیک‌های مورد بررسی با درصد‌های مختلف حجمی از SiC براحتی حاصل می‌گردد. در نهایت با بدست آوردن مقدار β به تعیین چقرمگی سرامیک‌ها با استفاده از رابطه (۱۴) پرداخته می‌شود.

۴- آزمایشات تجربی

هدف از مجموعه آزمایش‌هایی که در ادامه شرح داده می‌شود؛ ساخت قطعات نانوکامپوزیتی سرامیکی Al₂O₃-SiC به روش متالورژی پودر و بررسی چقرمگی شکست آنها می‌باشد. در این پژوهش پودر آلومینای مورد استفاده با خلوص ۹۹/۶٪ با فاز اصلی γ-Al₂O₃ می‌باشد که توسط الگوی پراش اشعه ایکس^۱ تعیین شده است. جدول (۲) بیانگر وجود ناخالصی‌های موجود با آنالیز شیمیایی است.

می‌کند. در نتایج سختی ویکرز نیز که با میزان بارگذاری ۹۸N حاصل شده است؛ به نظر می‌رسد با افزایش بیشتر مقدار NanoSiC از ۷/۵٪ حجمی، تخلخل بیشتر شده و دانسیته کاهش می‌یابد، که سبب کاهش سختی می‌گردد. از طرفی دیگر آگلومراسیون ذرات NanoSiC بیشتر شده و یکنواختی توزیع آنها در زمینه آلومینایی کمتر می‌شود [۲۲]، در نتیجه سختی افت می‌یابد. همچنین با افزایش درصد NanoSiC در نانوکامپوزیت، بر تنش پسماند حاصل از اختلاف انبساط حرارتی SiC و Al₂O₃ افزوده می‌شود تا اینکه آزاد شده و موجب ایجاد ریزترک در NanoSiC می‌گردد [۲۳]، در نتیجه سختی افت پیدا می‌کند.

۲-۵- چقرمگی شکست

جدول (۵) بیانگر مقادیر بدست آمده از چقرمگی شکست نمونه‌ها توسط روشهای SENB, SEVNB می‌باشد. چگونگی محاسبه چقرمگی شکست از طریق این روشها به تفصیل در مرجع [۲۴] بیان شده است. مقادیر چقرمگی شکست جدول (۵) به منظور تعیین ضریب بی‌بعد رابطه (۱۵) تعیین شده‌اند.

جدول (۵): مقادیر بدست آمده از چقرمگی شکست نمونه‌ها

توسط روش‌های SENB, SEVNB بر حسب $Mpa.\sqrt{m}$

Test method	SENB			SEVNB		
	min	max	Average	min	max	Average
Alumina	4.3	4.5	4.4	3.6	4.2	3.9
2.5% SiC	4.4	4.7	4.55	4.1	4.4	4.25
5% SiC	4.7	5.1	4.9	4.5	5	4.75
7.5% SiC	4.4	5.3	4.85	4.2	5.1	4.65
10% SiC	4.3	5.1	4.7	4.1	4.9	4.5
15% SiC	4.1	4.5	4.33	3.3	4.3	3.8

جدول (۶): ضخامت میکروترک‌ها با ۷ مرتبه اندازه‌گیری

توسط نرم افزار بر حسب μm

Material	Test No.					
	Alumina	2.5% SiC	5% SiC	7.5% SiC	10% SiC	15% SiC
1	0.56	0.56	0.54	0.53	0.55	0.56
2	0.56	0.57	0.55	0.55	0.53	0.56
3	0.56	0.56	0.55	0.54	0.58	0.57
4	0.55	0.56	0.54	0.53	0.57	0.56
5	0.55	0.55	0.56	0.54	0.53	0.55
6	0.55	0.56	0.56	0.55	0.54	0.55
7	0.57	0.56	0.55	0.54	0.56	0.55

درون محفظه آسیاب فولادی با دیواره‌ای از جنس کاربید تنگستن (WC) حاوی ۱۷ گلوله کاربید تنگستن قرار گرفته و با آسیاب سیاره‌ای با سرعت ۱۵۰rpm به مدت سه ساعت همگن گردید. دوغاب حاصل پس از خروج از آسیاب به مدت ۲۴ ساعت در خشک‌کن حرارتی در دمای ۹۰°C قرار گرفت. مقدار ۳۳۰gr از پودر حاصل با استفاده از دستگاه پرس با فشار حدود ۲MPa و زمان نگهداری بار به مدت ۳۰ ثانیه شکل داده شد. قطعات حاصل در دستگاه پرس گرم با قالب گرافیتی و اتمسفر آرگون قرار گرفتند و تا دمای ۱۷۵۰°C به مدت دو ساعت و اعمال همزمان فشار در ۳۰MPa مورد عملیات زینتر قرار گرفتند. با پایان یافتن زمان زینتر نمونه‌ها، کوره خاموش شده و اجازه داده شد تا کوره به طور طبیعی تا دمای محیط سرد شود. قطعات حاصل جهت انجام آزمایش‌های مورد نظر برش داده شد و به ابعاد ۴×۳×۵۰mm در آمدند و تا ۱μm پولیش شدند تا آماده انجام تعیین مدول الاستیسیته، تست سختی سنجی و چقرمگی شکست شدند.

۵- بررسی نتایج عددی

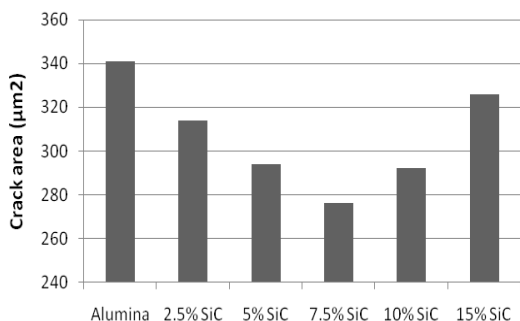
۱-۵- مدول الاستیسیته و سختی

مقادیر مدول الاستیسیته و سختی نمونه‌ها برحسب درصد حجمی NanoSiC در جدول (۴) بیان شده است. با ملاحظه این جدول می‌توان دریافت مدول الاستیسیته و سختی نمونه‌های زینتر شده تا ۷/۵ درصد حجمی NanoSiC روند صعودی داشته و پس از آن کاهش می‌یابد.

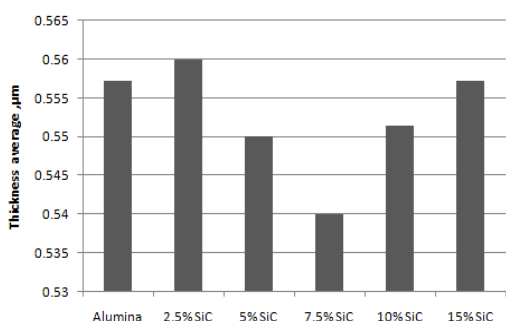
جدول (۴): مقادیر مدول الاستیسیته (GPa) و سختی نمونه‌ها (GPa)

درصد حجمی nonaSiC	مدول الاستیسیته	سختی ویکرز
۰	۴۲۶/۶۶۹	۱۵/۸۹۴
۲/۵	۴۳۳/۲۰۶	۱۶/۴۸۳
۵	۴۳۹/۷۵۶	۱۶/۶۲۳
۷/۵	۴۴۱/۱۲۵	۱۷/۱۹۴
۱۰	۴۱۴/۴۹۴	۱۶/۸۹۵
۱۵	۳۷۵/۵۷۴	۱۵/۲۸۱

افزایش مدول الاستیسیته تا ۷/۵٪ از NanoSiC را می‌توان به مدول الاستیسیته بالای کاربید سیلیسیم نسبت به آلومینا نسبت داد [۲۲]. بنابراین انتظار می‌رود با افزایش کاربید سیلیسیم، مدول الاستیسیته نانوکامپوزیت افزایش یابد، اما با افزایش بیشتر کاربید سیلیسیم، دانسیته کمتر شده و ایجاد تخلخل سبب کاهش سرعت صوت در نمونه می‌شود [۲۲]، در نتیجه مدول الاستیسیته کاهش پیدا



شکل (۶): مقدار سطح اثر میکروتُرکها در هر نمونه بر حسب μm^2



شکل (۵): مقدار میانگین ضخامت میکروتُرکها در هر نمونه بر حسب μm

با داشتن مقادیر دقیق از چقرمگی شکست به بررسی و آنالیز مقادیر سطح اثر میکروتُرک، و ضخامت میانگین آنها در نمونه‌ها پرداخته می‌شود. جدول (۶) ضخامت میکروتُرکها را بر حسب μm که در ۷ مرتبه و بشکل تصادفی در محل‌های مختلف ترک‌ها توسط نرم افزار Image Analyzer اندازه‌گیری شده‌اند را نشان می‌دهد.

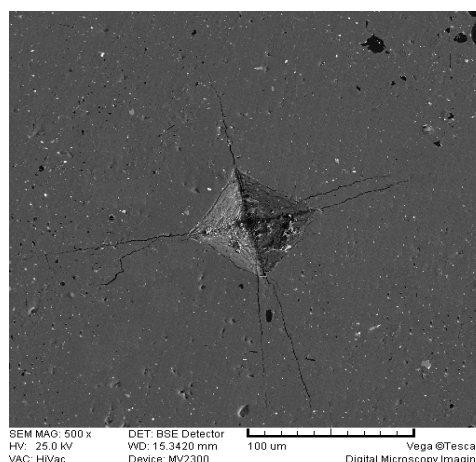
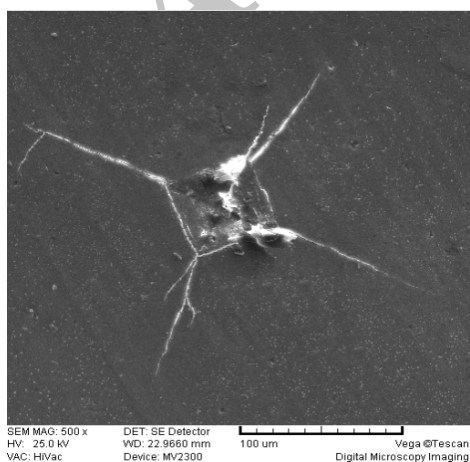
مقدار میانگین حاصل از اندازه‌گیری ضخامت میکروتُرک‌های شکل گرفته در نمونه‌ها در شکل (۵) آمده است. این مقادیر جهت تعیین مقدار ضریب بی بعد معادله (۱۵) استفاده می‌شود.

مقدار مساحت سطح اثر میکروتُرکها در نمونه‌ها نیز بر حسب μm^2 با استفاده از نرم افزار نام برده شده محاسبه شد و مقادیر آنها برای نمونه‌ها در شکل (۶) قابل مشاهده است. شکل (۷) بیانگر اثر ویکرز بر روی تعدادی از نمونه‌ها جهت محاسبه چقرمگی شکست می‌دهد. جهت محاسبه چقرمگی شکست نیرویی برابر ۹۸N به مدت ۱۵ ثانیه بر نمونه‌ها وارد شده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داده شده بیانگر وجود ترک‌های غیر شعاعی و نامنظم در اطراف بخش فرورفته از نمونه می‌باشند.

با داشتن کلیه مقادیر سمت راست رابطه (۱۵)، مقادیر ضریب تصحیح حاصل شده نمونه‌های نانوکامپوزیت SiC مختلف در شکل (۸) مشاهده می‌شوند. این مقادیر در نتیجه جایگزاری تمامی داده‌های حاصله در سمت راست رابطه (۱۵) است.

با بررسی شکل (۸) می‌توان مقدار میانگین ضریب تصحیح در معادله (۱۵) را برابر 0.003693 ± 0.00019 در نظر گرفت. بدین ترتیب معادله (۱۴) به صورت (۱۶) بازنویسی می‌شود.

$$K_{IC} = 0.003693 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{\frac{1}{2}} t_{Ave}^{\frac{3}{2}} \frac{P}{A^{\frac{3}{2}}} \quad (16)$$



شکل (۷): تصویر ریزساختار (SEM) اثر ویکرز سختی‌سنجی در نمونه (سمت راست) بدون افزودنی nanoSiC. (سمت چپ) با ۱۰٪ حجمی nanoSiC

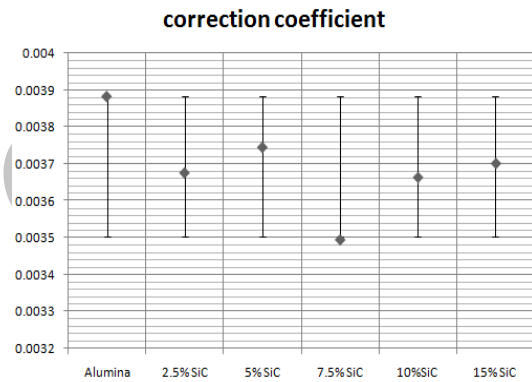
شکست رابطه عکس دارد. در واقع این دو معادله از جدول (۱)، تنها معادلاتی هستند که در آنها پارامتر طول ترک بشکل مجذور در رابطه بیان شده‌اند

از آنجایی که نتایج حاصل از آزمایشات این تحقیق ترک‌هایی به شکل نامنظم و فرعی را در پی داشتند. می‌توان به این موضوع اشاره نمود که تاثیرگذارترین پارامتر در تعیین مقدار چقرمگی شکست همان مقادیر مربوط به اثر (طول یا سطح اثر) ترک‌هاست. از آنجایی که این پارامتر در این دو معادله تاثیر کمتری را به همراه دارند؛ لذا خطای حاصل از آنها با توجه به تغییر کلی ساختار ترک‌های موجود در آزمایشات این تحقیق نیز بیشتر است. علاوه بر این موضوع، باید توجه داشت که نتایج پیشین دیگر محققین همچون آنستیس [۴] همواره با اختلافاتی زیاد (تا حدود ۳۰٪) نسبت به سایر روش‌های مرسوم همراه بوده است.

چقرمگی شکست نانوکامپوزیت‌های آلومینایی با افزودن SiC در محدوده $3-5/5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ گزارش شده است [۲۵]. نتایج حاصل از این پژوهش نیز در این محدوده قرار دارند. از طرفی با نتایج روشهای مرسوم و دقیق SENB, SEVNB درج شده در شکل (۹)، سازگاری قابل قبولی را دارند. چنانکه در شکل نیز مشاهده می‌شود، بیشترین مقدار چقرمگی شکست محاسبه شده در نانوکامپوزیت $7/5\text{SiC}$ و در مواردی $\text{Al}_2\text{O}_3-7/5\text{SiC}$ می‌باشد. با افزایش بیشتر مقدار NanoSiC، آگلومراسیون ذرات NanoSiC افزایش یافته و یکنواختی توزیع آنها در زمینه آلومینایی کمتر شده [۲۲]، از طرفی دیگر تنش پسماند حاصل از اختلاف انبساط حرارتی SiC و Al_2O_3 افزایش یافته و آزاد می‌شود که سبب سست شدن مرز دانه می‌گردد [۲۳]. در نتیجه با کاهش مقاومت در برابر ایجاد ترک، چقرمگی شکست کاهش می‌یابد.

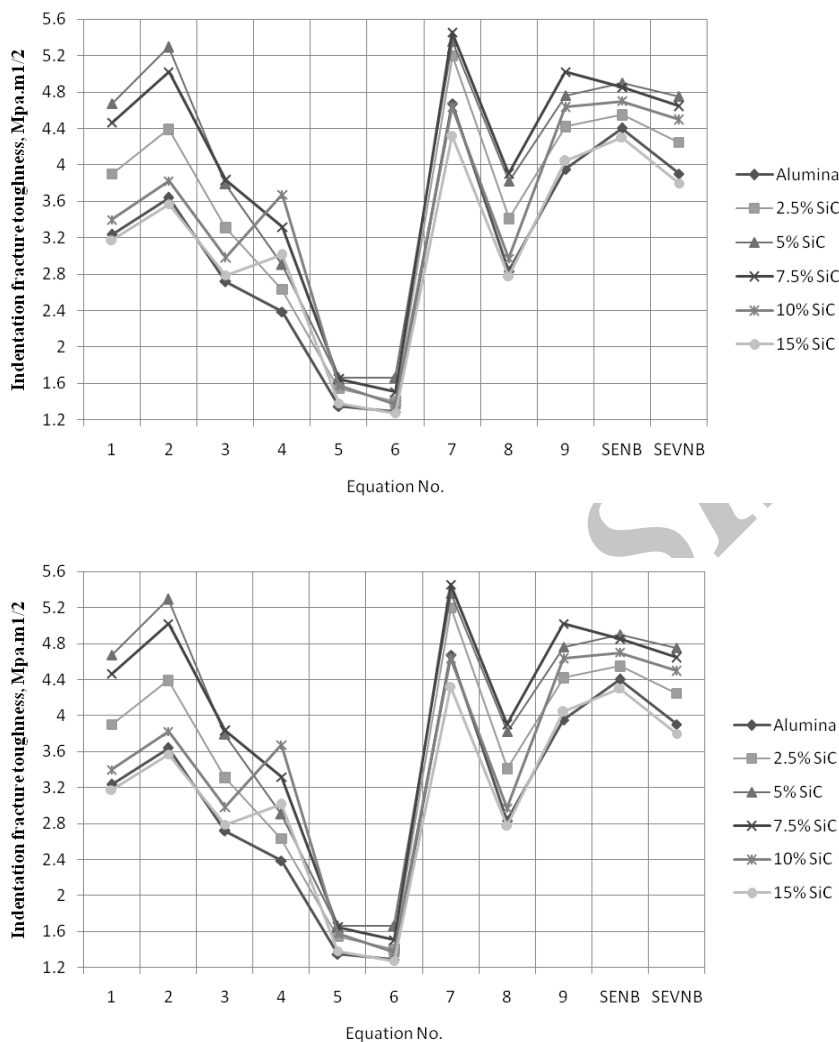
باید به این نکته توجه داشت که بدلیل شاخه شاخه و فرعی شدن ترک‌های تشکیل یافته در اطراف نمونه مورد آزمایش، هر طرف از نمونه‌ها به نوعی با افزایش تعداد c های موجود روبرو شده‌اند. این افزایش تعداد c ها که با اندازه‌های مختلفی همراه است، بطور یقین در این نسبت تاثیرگذار است. با یک میانگیری از تعداد طول ترک‌های بزرگ و کوچک تشکیل یافته در هر چهار طرف نمونه، می‌توان nc از طول ترک‌ها را در اطراف نمونه فرض نمود. در واقع برای ترک‌های نامنظم و شاخه شاخه همواره بایستی نسبت nc/a را برای بررسی ساختار ترک‌ها فرض نمود. یعنی اگر $nc/a \geq 2$ برقرار باشد، استفاده از رابطه (۱۶) مجاز خواهد شد. چرا که نتایج این معادله به نتایج روش‌های مدل نیم‌سکه‌ای و روش SENB, SEVNB نزدیکتر می‌باشند.

شکل (۹) مقایسه‌ای بین مقادیر چقرمگی شکست که با استفاده از معادلات ۵ تا ۱۲ بیان شده در جدول (۱) و معادله (۱۶) که در آن از سطح میکروتورک بجای پارامتر طول استفاده شده است را به همراه مقادیر میانگین روش‌های مرسوم SENB, SEVNB نشان می‌دهد. مقادیر ۱ تا ۸ از نمودار افقی، بیانگر ۸ مقدار بدست آمده از چقرمگی شکست سرامیک‌های مورد بررسی بوده که روابط آن به ترتیب در جدول (۱) آمده است. داده‌های درج شده در شماره ۹ از نمودار محور افقی، همان مقادیر چقرمگی شکست حاصل شده از معادله (۱۶) می‌باشند. مقادیر روش‌های دقیق و مرسوم از مقدار چقرمگی شکست حاصل شده از روشهای SENB, SEVNB نیز در انتهای محور افقی برای درصد‌های مختلف از نانوکاربید سیلیسیم قابل مشاهده است.



شکل (۸): مقادیر ضریب تصحیح برای نمونه‌ها

چنانچه مقایسه‌ای بین مقادیر چقرمگی شکست حاصل شده از معادله (۱۶) و دیگر روابط صورت گیرد. مشاهده می‌شود که مقادیر حاصل از معادله مذکور نیز همچون دیگر روابط تعیین مقدار چقرمگی شکست به روش تست ویکرز با اختلافاتی که میزان آن به ساختار ماده، میزان تردی ماده، مقدار سختی ویکرز، مقدار مدول یانگ و دیگر خواص مکانیکی و شرایط محیطی بستگی دارد. با این تفاوت که از میزان هزینه‌های ناشی از انجام آزمایشات تا حد چشمگیری صرفه‌جویی به عمل می‌آید. چرا که دیگر نیازی به تعدد آزمایشات تا رسیدن به ترک‌های شعاعی و مستقیم بر طبق مدل نیم‌سکه‌ای نیست. با دقت در شکل (۹) می‌توان دریافت مقادیر حاصل شده از شماره‌های (۵ و ۶) نمودار افقی (معادلات ۹ و ۱۰ از جدول ۱) با نتایج دیگر معادلات تفاوتی محسوسی دارند. شاید علت آن، این نکته می‌تواند باشد که در این دو معادله پارامتر طول ترک (C) موجود در شکل (۱) بصورت مجذور بیان شده و با چقرمگی



شکل (۹): مقایسه‌ای بین مقادیر چقرمگی شکست برای کلیه روابط بیان شده

بالا نشان می‌دهد. هرچه بیشتر کارایی معادله (۱۶) برای تعیین چقرمگی شکست دیگر مواد ترد با افزودنی‌های متفاوت را بررسی نمود، به میزان درصد صحت و درستی آن بیشتر پی برده می‌شود و از انجام تغییرات احتمالی در مقدار ضریب تجربی معادله در جهت افزایش دقت آن بیشتر بهره‌گیری می‌شود.

اشکال (۱۰) و (۱۱) میزان درصد خطای موجود در روابط (۵) تا (۱۲) و رابطه (۱۶) را نسبت به روش‌های SENB, SEVNB نشان می‌دهد. اعداد ۱ تا ۸ مندرج در نمودار محور افقی این اشکال به ترتیب معرف معادلات مندرج در جدول (۱) هستند و عدد ۹ از این محورها مبین میزان خطای معادله (۱۶) است. میزان خطاهای مشاهده شده بیانگر دقت نتایج رابطه (۱۶) در نمونه‌های با تردی بالا و وجود ترک‌های نامنظم را نشان می‌دهد.

بطور کلی این فرض را باید در نظر گرفت که، در تعیین چقرمگی شکست مواد با چقرمگی بسیار پایین می‌توان از معادله (۱۶) استفاده نمود. توجیع فیزیکی این فرض نیز این است که بر حسب تجربه نتایج تست ویکرز در مواد با تردی بالا، با تعدد ترک‌ها در اطراف نمونه همراه است. همواره باید به این نکته توجه داشت که این معادله بر اساس روابطی که برای مواد با تردی ذاتی بالا صادق بوده، استخراج شده است. بطور کلی از نظر تجربی ثابت شده، تردی بالای مواد وسعت پراکندگی ترک‌های منتشر شده را در تست ویکرز افزایش خواهد داد [۴]. از طرفی برای ایجاد ترک‌های شعاعی در اینگونه مواد، مجبور به افزایش آزمایشات با تغییر میزان بارگذاری به روش سعی و خطا تا رسیدن به نمونه مطلوب الزامی است. این مفهوم، خود بیانگر میزان وسعت کاربرد معادله (۱۶) را برای مواد با تردی

کرده؛ اما میزان هزینه‌های ناشی از انجام آزمایشات را کاهش می‌دهد.

(۳) میزان خطای بدست آمده از رابطه حاصل شده در نمونه‌های مختلف سرامیکی نسبت به روش‌های SENB, SEVNB کمتر از ۱۰٪ بوده که با توجه به استانداردهای تست چقرمگی به روش تست فرورفتگی از دقت فراوانی برخوردار است

(۴) جهت استفاده از معادله حاصله، میزان حداقل تردی نمونه‌ها هم‌تراز با موادی بوده که از خود در برابر تست فرورفتگی مدل ترک نیم‌سکه‌ای بروز می‌دهند. این شرط به بیان ریاضی برقراری نامساوی $nc/a \geq 2$ در پارامترهای بیان شده نمونه‌های مورد آزمایش را در پی دارد؛ که n برآوردی از مقدار میانگین ترک‌های هر طرف از بخش فرورفته است.

(۵) با تکرار روند طی شده در این پژوهش، دامنه وسعت کارایی معادله حاصل شده را می‌توان با تغییر در مقدار ضریب تجربی آن در هر دو مدل بسط داد.

(۶) چقرمگی شکست محاسبه شده توسط معادله حاصل شده در نمونه‌ها تا حدود ۷/۵٪ حجمی نانو کاربید سیلیسیم افزایش می‌یابد و با افزودن بیشتر NanoSiC، چقرمگی شکست کاهش می‌یابد.

(۷) مدول الاستیسیته نمونه‌ها در محدوده ۳۷۵-۴۴۲GPa می‌باشد و با افزودن NanoSiC، مدول الاستیسیته نمونه‌ها تا ۷/۵ درصد حجمی NanoSiC، روند صعودی داشته و پس از آن کاهش می‌یابد.

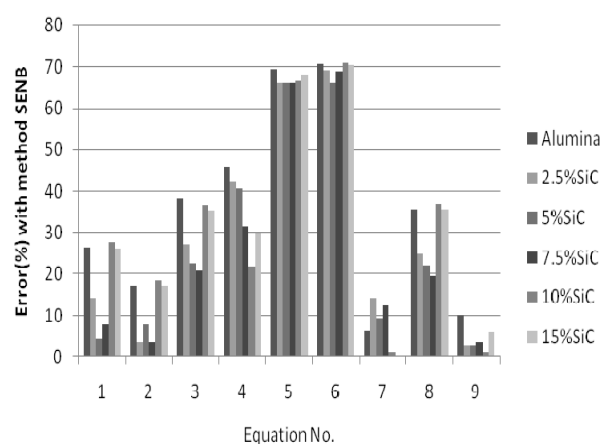
(۸) عدد سختی مربوط به نمونه آلومینای خالص با مقدار حدود ۱۵/۲GPa بوده که با افزودن ۷/۵٪ حجمی NanoSiC، با افزایش ۱۳ درصدی روبرو شده و به حداکثر مقدار خود در حدود ۱۷/۱۹۴GPa می‌رسد. از طرفی با افزایش مقدار بیشتری از NanoSiC تا ۱۵٪ کاهش، به ۱۵/۲GPa تنزل می‌یابد.

۷- تقدیر و تشکر

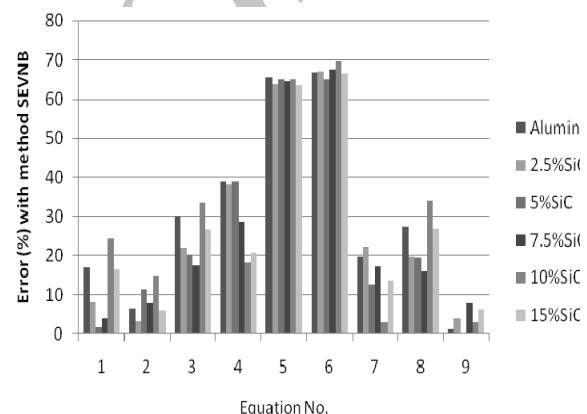
بدین وسیله از مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر بخاطر تقبل هزینه‌های ناشی از انجام این پژوهش و سرکار خانم طیبه رحیمی و جناب آقای مهندس یوسف قاسمی که در انجام این تحقیق زحمات فراوانی انجام داده‌اند؛ کمال تشکر و قدردانی می‌شود.

۸- مراجع

- [1] Sujirote, K., and Dateraksa K., "Ballistic Fracture of Alumina Ceramics," journal of National Metal and Materials Technology, Vol.13, 29 June 2009.



شکل (۱۰): میزان درصد خطای روابط ۱ تا ۱۳ با روش SEVB



شکل (۱۱): میزان درصد خطای روابط ۱ تا ۱۳ با روش SENB

به هر ترتیب آنچه در این پژوهش مهم بوده، اینست که روشی ابداع شود که علاوه بر افزایش دقت در نتایج، زیربنای نیاز به سعی وخطای پرهزینه ناشی از انجام آزمایشات تجربی تا رسیدن به مدل شعاعی را در تعیین چقرمگی شکست تا حد چشمگیری کاهش دهد. علاوه بر این باید در نظر داشت که می‌توان این روش را برای مدل پالکویست نیز بسط داد.

۶- نتیجه‌گیری

(۱) برای تعیین مقدار چقرمگی شکست، استفاده از روش تست فرورفتگی در مواد ترد تنها جهت مقایسه با سایر روش‌های مرسوم و دقیق کاربرد داشته و نمی‌توان تنها به مقادیر حاصل شده توسط این روش اکتفاء و اقدام به طراحی نمود.

(۲) مقادیر چقرمگی شکست بدست آمده توسط معادله حاصل شده در مقایسه با دیگر روابط از دقت قابل قبولی برخوردار است. با این تفاوت که روند محاسبات را پیچیده‌تر و استفاده از نرم افزار را ملزم

- [14] Evans, A. G. and Charles, E. A., "Fracture toughness determinations by indentation," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 59, pp. 371-372, 1976.
- [15] Evans, A. G., "Fracture toughness: the role of indentation techniques. In *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials* (Freiman, W., ed.), ASTM STP 678, West Conshohocken, PA, pp. 112-135, 1979.
- [16] Lawn, B. R., Evans, A. G., and Marshall, D. B., "Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 63, pp. 574-581, 1980.
- [17] Yount, H. J., "Hardness and fracture toughness of heat treated advance ceramic materials for use as fuel coating and inert matrix materials in advanced reactors," Ph.D thesis, for the degree of Master of Science (Nuclear Engineering). University of Wisconsin- Madison, 2006.
- [18] Sergejev F., Antonov M., "Comparative study on indentation fracture toughness measurements of cemented carbides," *Proc. Estonian Acad. Sci. Eng.*, Vol. 12, No. 4, pp. 388-398, 2006.
- [19] ASTM C1327-08. "Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics," Developed by Subcommittee: C28.01, Vol. 15, No. 1, pp. 8, 33, 2008.
- [20] ASTM C769-98. "Standard Test Method for Sonic Velocity in Manufactured Carbon and Graphite Materials for Use in Obtaining an Approximate Young's Modulus," Developed by Subcommittee: D02.F0, Vol. 5, No. 5, pp.142, 165, 2005.
- [21] Ahmadzadeh M., Baharvandi H. R., Abdizadeh, H. and Hadian A. M., "Synthesis of nano-size MgO powder by chemical deposition of low cost raw materials," *International Journal of Modern Physics B (IJMPB)*, Vol. 22, No. 18/19, pp. 3185-3192, 2008.
- [22] Anya, C. C., and Roberts S. G., "Pressure less Sintering and Elastic Constants of Al₂O₃-SiC Nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 17, pp. 565-73, 1997.
- [23] Sternitzke M., "Review: Structural Ceramic Nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 17, pp. 1061-1082, 1997.
- [24] Gogotsi, G. A., "Fracture toughness of ceramics and ceramic composites," *journal of the Ceramics International*, Vol. 29, pp. 777-784, 2003.
- [25] Anya, C. C., and Roberts, S. G., "Indentation Fracture Toughness and Surface Flaw Analysis of Sintered Alumina/SiC Nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 16, No. 10, pp. 1107-1114, 1996.
- [2] Palmqvist, S., "Indentation hardness and fracture toughness in single crystal," *Jernkontorets Ann*, Vol. 141, pp. 300-306, 1957.
- [3] Palmqvist, S., "Energy causing cracks at corners of vickers indentations as measure of toughness of hard metals," *Archiv fuer das Eisenhuettenwes*, Vol. 33, pp. 629-634, 1962.
- [4] Anatis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R., and Marshall, D. B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, No. 9, pp. 533-538, 1981.
- [5] Ponton, C. B., and Rawlings, R. D., "Vickers indentation fracture toughness test Part I: Review of literature and formulation of standardized indentation toughness Equations," *journal of the Material Science and Technology*, Vol. 5, pp. 865, 1989.
- [6] Bamzai, K. K., Kotru P. N., and Wanklyn, B. M., "Fracture mechanics, crack propagation and microhardness studies on flux grown ErAlO₃ single crystals," *Journal of the Material Science and Technology*, Vol. 16, pp. 405-410, 2000.
- [7] Bhat, D. G., "Comment on Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, pp. 165-6, 1981.
- [8] Bhat, M., Kaur, B., Kumar, R., Bamzai, K. K., Kotru, P.N., and Wanklyn, B. M., "Effect of ion irradiation on dielectric and mechanical characteristics of ErFeO₃ single crystals," *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, Section B (Beam Interactions with Materials and Atoms)*, Vol. 234, pp. 494-508, 2001.
- [9] Dub S. N., and Maistrenko A. L., "Reliability of ceramics fracture toughness Measurements by indentation," *Journal of the Material Science and Technology*, Vol. 7, pp. 109-118, 1992.
- [10] Glandus, J. C., Rouxel, T., and Qiu Tai., "Study of the Y-TZP toughness by an indentation method," *Ceram, Int*, Vol. 17, pp 129-135, 1991.
- [11] Niihara, K., Morena, R., and Hasselman, D. P. H., "Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios," *Journal of the Material Society Lett.*, Vol. 1, pp. 13-16, 1982.
- [12] Shetty, D. K., Wright, I. G., Mincer, P. N., and Clauer, A. H., "Indentation fracture of WC-Co cermets," *Journal of the Material Society*, Vol. 20, pp. 1873-1882, 1985.
- [13] Japanease Standards Association, "Testing method for fracture toughness of high performance ceramics," *JIS R-1607*, 1990.