

مقاله پژوهشی

## بررسی تاثیر عملیات حرارتی بر روی ترمیم ترک، آنالیز فازی، چقرمگی شکست، سختی و ریزساختار نانو کامپوزیت آلومینا- کاربید سیلیسیم

امیر فتحی\*<sup>۱</sup> و حمیدرضا بهاروندی<sup>۲</sup>

۱- آموزشکده فنی و حرفه‌ای میانه، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، ایران

۲- دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۸/۰۳/۲۰، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۸/۰۷/۲۳، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۸/۰۷/۲۹

### چکیده

در این تحقیق، برای سنتز نانو کامپوزیت پودر آلومینا (میکرونی/نانو) با ۹۰ درصد حجمی، به همراه ۱۰ درصد حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم مخلوط گردید. ترکیب بدست آمده داخل آسیاب پراثری همگن شده سپس این ترکیب خشک شده و با استفاده از پرس سرد شکل دهی گردید. سپس قطعات خام حاصل به روش پرس گرم به مدت ۲ h در دمای ۱۶۵۰ °C و فشار ۲۰ MPa در اتمسفر گاز آرگون تحت زینتر قرار گرفت. در ادامه، عملیات حرارتی نمونه‌ها در دماهای ۱۲۰۰، ۱۴۰۰، ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ °C و در زمان‌های یک و دو ساعت تحت اتمسفر هوا انجام شد. بعد از عملیات حرارتی، نمونه‌های نانو کامپوزیتی توسط آنالیز XRD و SEM قبل و بعد عملیات حرارتی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آنالیز فازی نشان داد، که فازهای قبل و بعد از عملیات حرارتی فازهای دلخواه بوده‌اند. با بررسی تصاویر SEM، ترمیم ترک و رفتار ترک مورد بررسی قرار گرفت و با بررسی این نتایج، بعد از عملیات حرارتی خواص ترمیم ترک نانو کامپوزیت، کاملاً متحول گردید و شرایط مطلوبتری نسبت به قبل از آن حاصل شد. همچنین با بررسی سختی نمونه‌های عملیات حرارتی شده، تغییر زیادی در سختی حاصل نگردیده است. دستاورد مهم این تحقیق در مورد چقرمگی شکست کامپوزیت نانو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم بود که حدود  $5/56 \text{ MPa.m}^{1/2}$  حاصل شد. همچنین، چقرمگی شکست برای نمونه میکرو-نانو در بهترین حالت، مقدار  $4/753 \text{ MPa.m}^{1/2}$  بدست آمد.

واژه‌های کلیدی: آلومینا، کاربید سیلیسیم، نانو کامپوزیت، چقرمگی شکست، ترمیم ترک.

### ۱- مقدمه

از نوع الیاف، ویسکر یا ذرات تقویت شده‌اند، انجام گردیده است [۴-۱]. آلومینا به علت داشتن خواص منحصربفردی مانند، سختی، مقاومت بالا در برابر حرارت و ویژگی‌های حرارتی و الکتریکی و همچنین خاصیت عایق الکتریکی

در طی سال‌های اخیر تلاش‌های زیادی برای بهبود خواص مکانیکی مواد کامپوزیتی با پایه‌های سرامیکی که با فاز دوم

\* عهده‌دار مکاتبات: امیر فتحی

نشانی: آموزشکده فنی و حرفه‌ای میانه، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، ایران

تلفن: ۰۴۱-۵۲۲۴۳۷۵۴، دورنگار: ۰۴۱-۵۲۲۴۳۷۵۴، پست الکترونیکی: a-fathi@tvu.ac.ir

برای سنتز نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-5\%SiC$  با روش زینتر بدون فشار ابتدا پودر موردنظر را به صورت تک محوری با فشار  $42\text{ MPa}$  و سپس بصورت ایزواستاتیکی با فشار  $350\text{ MPa}$  فشرده کردند و بعد آنرا در کوره‌ای با دمای  $1700^\circ\text{C}$  در اتمسفر نیتروژن و در مدت ۲ ساعت زینتر کردند [۱۵]. پرس گرم یکی از بهترین و شاید با هزینه‌ترین فرآیندهای مورد استفاده برای سنتز کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی می‌باشد. دلیل آن این است که شکل‌دهی سرامیک‌ها با هر روش دیگری بسیار مشکل است. با این حال کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی تولید شده به روش پرس گرم دارای کیفیت بسیار خوبی می‌باشند، که سبب کاهش ناسازگاری حرارتی بین اجزاء تشکیل دهنده می‌شود. در این روش کربن، آلومینا، کاربید سیلیسیم و الیاف فلزی در زمینه‌های شیشه، شیشه-سرامیک و اکسید-سرامیک اتصال می‌یابند. توزیع اندازه پودر، دما و فشار پارامترهای بحرانی هستند که تخلخل زمینه، آسیب الیاف و استحکام پیوند الیاف و زمینه را کنترل می‌کنند. برای مثال سنتز نانوکامپوزیت‌های آلومینا با ۵ و ۱۰ درصد حجمی از کاربید سیلیسیم توسط Wang و همکارانش انجام گردید [۱۶]. که پس از تهیه پودر اولیه از مواد، پودرها با فشار  $35\text{ MPa}$  در دمای  $1750^\circ\text{C}$  با استفاده از روش پرس گرم سنتز گردیدند. خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت و حداکثر چقرمگی شکست حدود  $4/7\text{ MPa.m}^{1/2}$  گزارش شده است. بررسی نشان داد که اندازه دانه و موقعیت نانوذرات کاربید سیلیسیم در دانه‌های آلومینا باعث بهبود خواص مکانیکی شده است [۱۶].

فرآیند عملیات حرارتی نیز می‌تواند به عنوان یکی از راهکارهای افزایش خواص مکانیکی از جمله چقرمگی شکست و سایر خواص مورد استفاده و بررسی بیشتر قرار گیرد. همچنین در این بخش، ترمیم ترک به کمک عملیات حرارتی را مورد بررسی قرار می‌دهیم. به منظور کاهش اندازه ترک‌ها و عیوب، ترمیم ترک به ویژه در مورد ترمیم ترک نفوذی، اغلب می‌تواند منجر به تغییر در مورفولوژی منطقه نوک ترک شده و سبب بهبود بیشتر استحکام گردد.

بودن، بطور گسترده‌ای در صنایع مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد. در عین حال، خصوصیت شکنندگی ذاتی آلومینا استفاده از آن را محدود کرده است، و در نتیجه محققان در طول سال‌های گذشته تلاش‌های زیادی برای بهبود چقرمگی شکست آلومینا انجام داده‌اند، همچنین آلومینا با توجه به این ویژگی‌های قابل توجه، در صنایع با دمای بالا، ایمپلنت‌های دندان، قطعات مقاوم به سایش بالا، عایق‌های حرارتی ابزارهای برش کاربرد فراوانی دارد، علاوه بر این موارد، آلومینا قابلیت تطبیق‌پذیری زیستی مناسبی دارد [۷-۵]. کاربرد سیلیسیم نیز در ساختارهای نانویی کاربردهای زیادی از جمله، نیمه‌هادی‌ها، تجهیزات اپتوالکترونیکی و سنسورهای الکترونیکی دارد [۸]. یکی از راه‌های بسیار مهم و کاربردی برای افزایش خواص مکانیکی آلومینا مانند چقرمگی شکست و سایر خواص، استفاده از ترکیب مرکب آن با یک تقویت کننده است، به معنی دیگر کامپوزیت کردن آن با یک تقویت کننده است. همچنین، نانوکامپوزیت‌های آلومینا که با اضافه کردن نانوذرات یا نانوالیاف به عنوان تقویت کننده، قابلیت سنتز و تولید دارند و می‌توان بطور قابل توجهی عملکرد مکانیکی آنها را بهبود داد، برای پایه‌های آلومینایی از چندین ماده مختلف از جمله، کاربید تیتانیوم، زیرکونیم، نیتريد سیلیسیم، نترات تیتانیوم، اکسید تیتانیوم، نانولوله‌های کربنی و کاربید سیلیسیم به عنوان تقویت کننده استفاده شده است [۹-۱۴]. به منظور افزایش استحکام و ایجاد پیوند بین ذرات تشکیل دهنده پایه و ذرات تقویت کننده، عملیات زینتر روی کامپوزیت انجام می‌شود. برای انجام زینتر نانوکامپوزیت‌ها از جنس آلومینا-کاربید سیلیسیم روش‌های متعددی مانند زینتر در حضور فاز مایع، زینتر جرقه پلاسمایی، زینتر از طریق پرس گرم، زینتر بدون فشار وجود دارد. روش زینتر بدون فشار، از ساده‌ترین روش‌های زینتریگ کامپوزیت‌ها و نمونه‌های سرامیکی به حساب می‌آید. در این روش ابتدا پودر مورد نظر را توسط دستگاه پرس به صورت یک توده درآورده می‌شود و سپس درون کوره با دمای بالا قرار می‌گیرد تا مکانیزم‌های زینتر رخ دهد. Laura و همکارانش

پودر میکروآلومینا (برای کامپوزیت میکروآلومینا-نانو کاربرد سیلسیم) از آلومینای-گاما با خلوص ۹۹/۶ درصد (با ابعاد کمتر از ۵ nm) استفاده گردید. از نانو پودر اکسید منیزیم (با اندازه دانه کمتر از ۱۰۰ nm) استفاده گردید. همچنین از نانو پودر کاربرد سیلسیم (با ابعاد ۸۰ nm) مورد استفاده قرار گرفت.

برای همگن سازی و مخلوط کامل نمونه های خام از آسیاب سیاره ای ساخت شرکت Fritsch مدل Pulversette 5 با دور rpm ۱۵۰ به مدت ۳ ساعت، استفاده شد. دستگاه پرس مورد استفاده، دستگاه پرس هیدرولیک تک محوره ۲۰۰ تن، ساخت شرکت AMC استفاده شد. دستگاه پرس گرم مورد استفاده در این آزمایش دارای حداکثر نیروی ۱۰ تن و حداکثر دمای °C ۲۰۰۰ با قالب گرافیتی و اتمسفر آرگون بوده است. به منظور آنالیز فازهای نمونه های کامپوزیت ها قبل و بعد از عملیات حرارتی از دستگاه پراش اشعه X ساخت شرکت فیلیپس مدل اکسپرت استفاده شد. برای مطالعه ریزساختار نمونه ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی ساخت شرکت فیلیپس کشور هلند و مدل XL30 با ولتاژ ۲۰ kV و همچنین از میکروسکوپ الکترونی روبشی CAMSCAN مدل MV2300 استفاده شد. برای مطالعه ریزسختی نمونه ها، از دستگاه سختی سنجی ساخت شرکت KOOPA مدل UV1 استفاده شد.

## ۲-۲- روش انجام آزمایش

در ابتدا نانو پودر کاربرد سیلسیم به مقدار ۱۰ درصد حجمی با ترازوی دیجیتالی توزین شد. وزن مواد اولیه بر اساس دانسیته آلومینا برابر  $3/986 \text{ g/cm}^3$  و دانسیته نانو کاربرد سیلسیم برابر  $3/217 \text{ g/cm}^3$  محاسبه گردید. مقدار اکسید منیزیم برابر ۵۰۰ ppm نسبت به وزن جامد نمونه بوده است. با توجه به این موارد درصد وزنی مواد اولیه طبق جدول شماره ۱ می باشد.

پس از توزین مواد اولیه، سوسپانسیون مخلوط با ایزوپروپانول آماده شد و درون محفظه آسیاب فولادی حاوی گلوله های کاربرد تنگستن قرار گرفته و توسط آسیاب سیاره ای با

بطور کلی دو مکانیزم غالب برای ترمیم ترک وجود دارد: الف) چسبندگی و ب) پیوند نفوذی. سهم نسبی هر کدام از این مکانیزم ها در فرآیند ترمیم ترک، بوسیله سینتیک هر کدام از این مکانیزم ها کنترل می گردد. در دماهای پایین و یا متوسط که نفوذ سطحی کمینه است، مکانیزم چسبندگی غالب می باشد، در حالیکه در دماهای بالاتر (نزدیک به دمای زینتر) پیوند نفوذی مکانیزم غالب می باشد. در ادامه باید اشاره کرد که Ando و همکارانش برای افزایش عمر قطعات سرامیکی استفاده از عملیات حرارتی برای ترمیم ترک را پیشنهاد کردند [۱۷]. اصول روش براساس عملیات حرارتی و متشکل از سه مرحله زیر است: الف- پس از ماشین کاری، ترمیم ترک های سطحی و بازیابی استحکام، ب- بوسیله آزمایش، حذف کردن قطعاتی که عیوب محاط شده غیر قابل قبولی دارند و ج- اگر ترک در حین کارکرد آغاز شد، ترمیم ترک در حین کارکرد و ادامه فعالیت. در نتایج حاصله نشان داده شد، که در این سرامیک ها می توان با استفاده از عملیات حرارتی ترک را حتی تحت تنش های استاتیک یا سیکلی ترمیم کرد که استحکام و حد خستگی مناسبی از خود نشان دهند. همچنین حالت تنش آستانه برای ترمیم شدن ترک بررسی قرار گرفت و نتیجه حاصل شد، که اگر ضریب شدت تنش اعمالی کمتر از  $0/6 K_{IC}$  باشد، ترک می تواند به صورت کامل ترمیم شود [۱۷]. در تحقیقی که صورت می گیرد پس از انجام سنتز نمونه های نانو کامپوزیتی به روش پرس داغ، برای افزایش خواص مطلوب مکانیکی نظیر مقاومت در برابر ایجاد ترک و تنش های مختلف و همچنین سایر خواص مکانیکی عملیات حرارتی آنیلینگ در دماها و زمان های گوناگون بر روی نمونه های نانو کامپوزیت انجام گرفت و سپس نتایج مورد بررسی، آنالیز و بحث قرار گرفت.

## ۲- فعالیت های تجربی

### ۲-۱- مواد و تجهیزات

نانو آلومینای-گاما با خلوص ۹۹/۹۷ درصد (با ابعاد کمتر از ۲۰ nm) از محصول شرکت (A85, Ampco.Ltd) استفاده شد.

نانو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم و میکرو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم یکسان و مشابه است. برای اختصار از عبارت نانو-نانو به جای نانو کامپوزیت نانو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم و از عبارت میکرو-نانو به جای نانو کامپوزیت میکرو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم استفاده می شود. همچنین در فلوچارت شکل ۱ مراحل کلی مربوط به مراحل سنتز و عملیات حرارتی نانو کامپوزیت های آلومینا-کاربید سیلیسیم ارائه شده است.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی ترمیم ترک نانو کامپوزیت

یکی از اهداف این تحقیق، بررسی رفتار ترمیم ترک نانو کامپوزیت های آلومینای تقویت شده با ذرات SiC می باشد. در اصل، هدف ترمیم ترک، حذف تنش باقیمانده در نوک ترک است. هدف ترمیم ترک، بازیابی کامل استحکام توسط ترمیم کامل (زینتر کردن دوباره) ترک است. از آنجائیکه ترک های ایجاد شده در اثر ماشین کاری به سختی قابل مشاهده می باشند، ترک های اولیه از طریق فروربری ویکرز القا می شوند. در این حالت تکنیک فروربری سبب ایجاد ترک های کنترل شده می شود و در نتیجه می تواند برای بررسی رفتار ترمیم ترک ها عمل کند. روش فروربری ویکرز، به عنوان ابزاری برای ایجاد ترک هایی با اندازه کنترل شده به نحوی که به راحتی در زیر میکروسکوپ قابل مشاهده باشند، برای ایجاد ترک های شعاعی در سطوح نمونه مورد استفاده قرار می گیرد. شکل ۲ تصویر SEM مربوط به ترک های ایجاد شده بوسیله اثر ویکرز را نشان می دهد. شکل ۳ تصویر SEM از نمونه های ترمیم شده بعد از عملیات حرارتی (آنیلینگ) را نشان می دهد. دمای بهینه عملیات حرارتی برای ترمیم ترک، برای نانو کامپوزیت آلومینا-کاربید سیلیسیم با توجه به نتایج خواص مکانیکی انتخاب گردید. بهترین نتایج خواص مکانیکی در نمونه هایی بدست آمد که در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۲ ساعت آنیل شده اند.

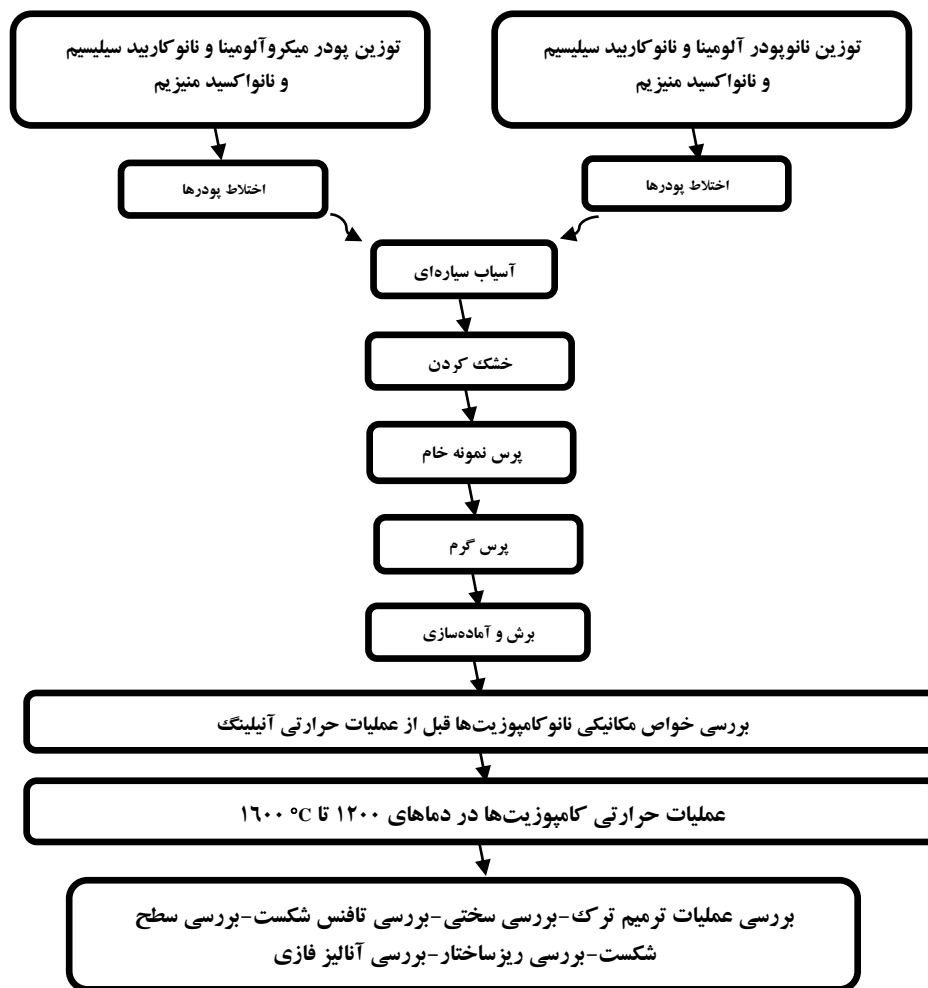
سرعت  $150\text{ rpm}$  به مدت ۳ ساعت همگن گردید. دوغاب حاصل پس از خروج از آسیاب به مدت ۲۴ ساعت در خشک کن حرارتی در دمای  $90^{\circ}\text{C}$  قرار گرفت.

جدول ۱: درصد وزنی مواد اولیه.

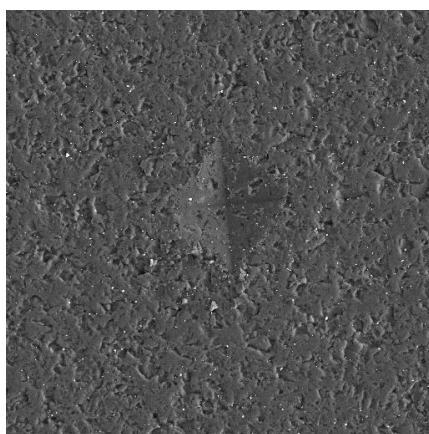
درصد وزنی نانو کاربید سیلیسیم	درصد وزنی نانو کاربید سیلیسیم	درصد حجمی آلومینا	درصد حجمی نانو کاربید سیلیسیم
۹۱/۷۷	۸/۲۳	۹۰	۱۰

شکل دهی پودرهای آسیاب شده با استفاده از یک پرس هیدرولیک انجام شد. در نهایت نمونه های مستطیلی شکل به طول  $11\text{ cm}$  و عرض  $5\text{ cm}$  آماده شدند. زینتر قطعات در دمای  $1650^{\circ}\text{C}$  در زمان  $2\text{ h}$  در اتمسفر آرگون و تحت فشار  $20\text{ MPa}$  انجام شد که نرخ افزایش دمای کوره  $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$  در نظر گرفته شد. بعد از اتمام زمان زینتر کوره را خاموش نموده تا نمونه ها در کوره تا دمای محیط سرد گردند. سپس نمونه ها با استفاده از تیغه های الماسه تا ابعاد مورد نظر برای نمونه های استاندارد B ماشین کاری شدند که ابعاد نمونه استاندارد B عبارت است از طول:  $45\text{ mm}$ ، عرض:  $4\text{ mm}$  و ضخامت:  $3\text{ mm}$ . در ادامه نمونه ها در کوره عملیات حرارتی در دماها و زمان های مختلف تحت اتمسفر هوا عملیات حرارتی شدند. نرخ افزایش دما  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  بود. بعد از عملیات حرارتی، کوره خاموش و نمونه ها در محیط کوره سرد شدند. دماهایی که نمونه ها تحت عملیات حرارتی (آنیل) قرار گرفتند، عبارت بود از  $1200^{\circ}\text{C}$ ،  $1400^{\circ}\text{C}$ ،  $1500^{\circ}\text{C}$  و  $1600^{\circ}\text{C}$  می باشد. زمان عملیات حرارتی نمونه ها ۱ و ۲ ساعت انتخاب شد.

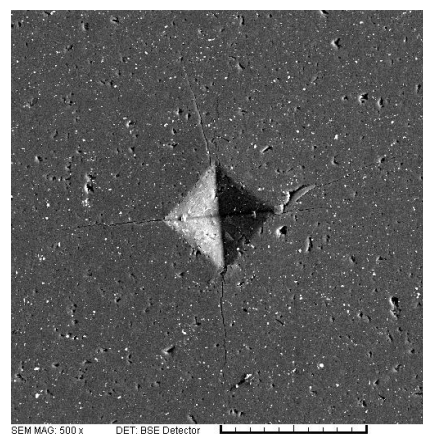
پس از انجام مراحل سنتز و عملیات حرارتی نمونه ها، با میکروسنجی ویکرز ترمیم ترک کامپوزیت ها مورد بررسی قرار گرفت، همچنین مقادیر سختی، چقرمگی شکست و بررسی ریزساختار و فازهای نمونه ها قبل و بعد عملیات حرارتی مورد آنالیز قرار گرفت. (لازم به یادآوری است، مسیر سنتز و عملیات حرارتی هر دو نمونه نانو کامپوزیت



شکل ۱: فلوجارت کلی مربوط به مراحل سنتز، عملیات حرارتی و آنالیزهای نانوکامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم.



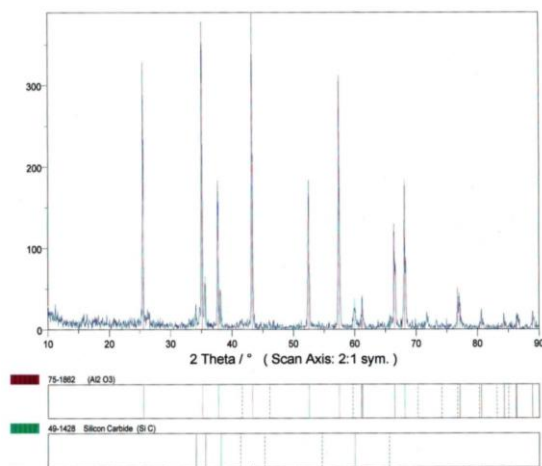
شکل ۳: تصویر SEM ترک‌های ترمیم شده بعد از عملیات حرارتی در دمای ۱۴۰۰ °C به مدت ۱ ساعت.



شکل ۲: تصویر SEM از ترک‌های ایجاد شده توسط اثر ویکرز قبل از عملیات حرارتی.

### ۳-۲- بررسی نتایج XRD نانو کامپوزیت‌ها

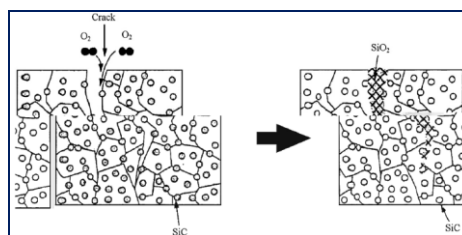
در این مرحله نمونه کامپوزیت نانو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم سنتز شده قبل از عملیات حرارتی و همچنین پس از عملیات حرارتی در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت مورد بررسی آنالیز فازی (XRD) قرار گرفت. در شکل ۵ الگوی پراش اشعه X مربوط به نانو کامپوزیت قبل از عملیات حرارتی آنیلینگ نشان داده شده است. همانطوریکه در نمودار الگوی پراش اشعه X مشاهده می‌شود، فازهای بدست آمده از آنالیز فازی نمونه قبل از عملیات حرارتی، بیانگر وجود فازهای آلومینا و کاربید سیلیسیم می‌باشد.



شکل ۵: نمودار XRD نمونه نانو-نانو قبل از عملیات حرارتی.

در شکل ۶ نمودار الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه بعد از عملیات حرارتی در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت مشاهده می‌شود. با مقایسه نتایج نمودارهای XRD در شکل‌های ۵ و ۶ مشاهده می‌شود، با عملیات حرارتی نمونه نانو کامپوزیتی نانو-نانو فاز ترکیبی مولایت حاصل از واکنش سطحی ذرات SiC و آلومینا بدست آمده است. آنالیز فازی نشان داده شده در شکل ۶ چهار فاز آلومینا، کاربید سیلیسیم، اکسید سیلیسیم و مولایت را مشخص کرد که نشان می‌دهد فازهای مورد نظر حاصل شده است.

شکل ۳ ترمیم ترک در نمونه‌های آنیل شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل دیده می‌شود، ترک‌های ایجاد شده بوسیله اثر ویکرز بعد از عملیات حرارتی ترمیم شده است. ضخامت ترک‌های ایجاد شده بوسیله اثر ویکرز در حد  $0/5$  میکرون می‌باشند که با عملیات حرارتی (آنیلینگ) ترمیم شده‌اند. برای درک بهتر ترمیم ترک‌های ایجاد شده در شکل ۳، مکانیزم مربوط به مدل ترمیم ترک در شکل ۴ نشان داده شده است [۱۸].



شکل ۴: مکانیزم ترمیم ترک بوسیله اکسید سیلیسیم [۱۸].

عامل اصلی ترمیم ترک بخاطر واکنش اکسیداسیون است. واکنش ترمیم ترک تخمین زده شده به شرح زیر می‌باشد:



اکسیژنی که به سطح ترک وارد می‌شود، با کاربید سیلیسیم که در سطح ترک حضور دارد، واکنش می‌دهد و اکسید سیلیسیم که یک فاز شیشه‌ای و بلوری است و محدوده مقاومت گرمایی و استحکام دما بالای بسیار خوبی دارد، تشکیل می‌شود. ترمیم ترک به پیوند بسیار قوی اعمال شده توسط فاز شیشه‌ای بر روی ترک نسبت داده می‌شود. این مسئله هم در خلال انتقال فاز شیشه‌ای از پیش موجود در طول صفحه ترک و هم به علت واکنش سطح ترک با محیط که غالباً اکسیداسیون است، اتفاق می‌افتد. به نظر می‌رسد که هر مکانیزم می‌تواند تحت شرایط مخصوص و معین کار کند که عموماً به اتمسفر محیط عملیات حرارتی بستگی دارد.

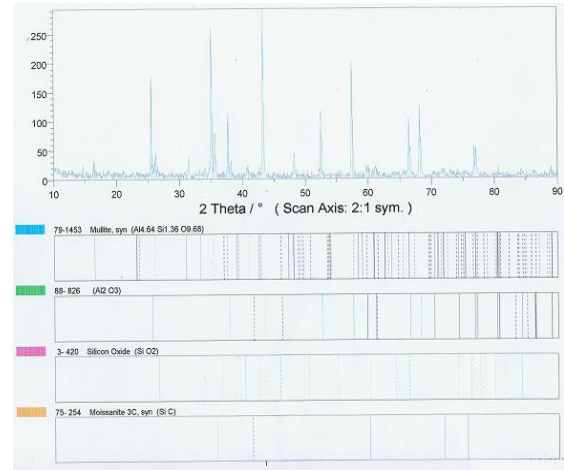
(MPa)، نیروی اعمالی اثر ویکرز بر حسب (N) و c شاخص شعاعی/میانی بر حسب (mm) می باشد. میانگین حاصل از پنج اندازه گیری چقرمگی شکست به عنوان چقرمگی شکست نمونه گزارش می شود.

در محاسبه چقرمگی شکست از مدول الاستیک تئوری نانو کامپوزیت استفاده گردید. طبق قانون ترکیبها برای کامپوزیت ذره ای با توزیع فازی تصادفی، می توان مقدار مدول الاستیسیته کامپوزیت را طبق رابطه ذیل از مدول الاستیسیته اجزا محاسبه کرد:

$$E = \sum E_i \cdot V_i \quad (3)$$

که در آن  $E_i$  و  $V_i$  بترتیب مدول الاستیسیته و نسبت حجمی اجزاء کامپوزیت هستند. که در این رابطه، مدول الاستیسیته آلومینا که برابر ۳۸۰ GPa می باشد، و مدول الاستیسیته کاربید سیلیسیم که برابر ۴۱۴ GPa می باشد. با توجه به رابطه (۳) و درصد حجمی (V) ۱۰٪ برای کاربید سیلیسیم، در نتیجه مدول الاستیسیته کامپوزیت به مقدار ۳۸۳/۴ GPa بدست آمده است.

تاثیر دمای عملیات حرارتی بر چقرمگی شکست برای کامپوزیت های میکرو-نانو و نانو-نانو بترتیب در شکل های ۷ و ۸ نشان داده شده است. در مطالعه و تحقیق حاضر نتایج قابل قبول و بسیار امیدوارکننده ای از چقرمگی شکست کامپوزیت های عملیات حرارتی شده بدست آمد. همانطور که در شکل های ۷ و ۸ مشاهده می شود، چقرمگی شکست نمونه نانو آلومینا-نانو کاربید سیلیسیم با عملیات حرارتی در دمای ۱۶۰۰ °C تا مقدار ۵/۵۶۳ MPa.m<sup>1/2</sup> افزایش یافته و همچنین چقرمگی شکست نمونه میکرو-نانو با قرار گرفتن تحت عملیات حرارتی در دمای ۱۶۰۰ °C تا ۴/۷۵۳ MPa.m<sup>1/2</sup> افزایش یافته است. همانطوریکه مشاهده می شود برای هر دو نمونه کامپوزیت با افزایش دمای عملیات حرارتی مقدار چقرمگی شکست روند افزایشی داشته است و برای نمونه نانو-نانو مقادیر چقرمگی شکست در دماهای ۱۵۰۰ و



شکل ۶: نمودار XRD نمونه نانو-نانو بعد از عملیات حرارتی در دمای ۱۵۰۰ °C به مدت ۲ ساعت.

### ۳-۳- بررسی چقرمگی شکست نانو کامپوزیت ها

Anstis و همکارانش دریافتند که رابطه ای بین اندازه و شکل ترک و نیز چقرمگی شکست بویژه در کامپوزیت های سرامیکی با زمینه آلومینایی وجود دارد که در آزمایشات انجام یافته از آن استفاده شده است [۱۹]. در این روش نمونه ها مانت شده و سپس آماده سازی سطحی آنها با دستگاه پولیش انجام شد. در ادامه با خمیرهای الماسه ۳۰، ۶ و ۱ μm سطح آنها صیقلی شد. به وسیله دستگاه سختی سنجی و با اعمال بار ۴۹ N به مدت ۳۰ ثانیه تعداد پنج اثر ویکرز بر هر نمونه گذاشته می شود. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (SEM) پارامترهای ابعاد شاخص اثر پلاستیکی (a) و شاخص ترک شعاعی/میانی (c) اندازه گیری شده و با استفاده از رابطه ذیل که توسط Anstis و همکارانش حاصل شده است، پارامتر چقرمگی شکست ( $K_{IC}$ ) بر حسب MPa.m<sup>1/2</sup> محاسبه می شود:

$$K_{IC} = a \left( \frac{E}{H} \right)^{0.5} \left( \frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (2)$$

که در این رابطه a عدد ثابت مستقل از ماده است که توسط Anstis برابر با ۰/۰۱۶ ± ۰/۰۰۴ بدست آمده است، E مدول الاستیسیته بر حسب (MPa)، H سختی ویکرز بر حسب

با بررسی مقادیر ذکر شده در جدول با عدد بدست آمده در این تحقیق، می توان به تاثیر قابل توجه عملیات حرارتی بر روی این کامپوزیت پی برد.

جدول ۲: مقایسه چقرمگی شکست کارهای انجام گرفته [۱۶،۲۰-۲۳].

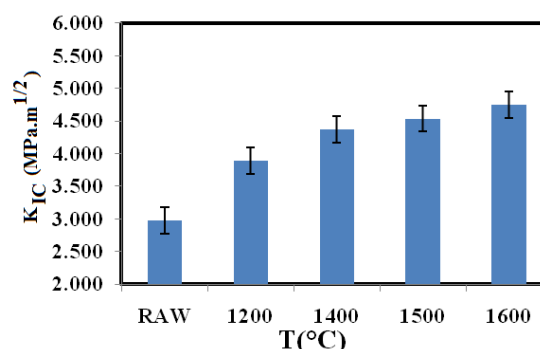
محققان	چقرمگی شکست بدست آمده (MPa.m <sup>1/2</sup> )	روش سنتز کامپوزیت	درصد حجمی آلومینا و کاربید سیلیسیم
Johnson	4.4	SHS*	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -10%SiC
Wang	4.7	HP	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -5%SiC
Sciti	2.9	HP	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -5%SiC
Sun	4.7	HP	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -5%SiC
Saheb	2.65	SHS	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -5%SiC

\*Spark Plasma Sintering

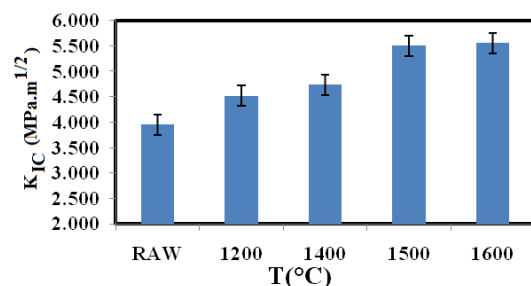
علاوه بر این با مقایسه نتایج بدست آمده با سایر کامپوزیت های سنتز شده با تقویت کننده های مختلف نیز نتایج مطلوب و قابل قبولی حاصل شده است [۲۴،۲۵]. در بررسی دلیل ارتقا و بهبود چقرمگی شکست در اثر حضور نانوذرات کاربید سیلیسیم در زمینه آلومینایی انحراف ترک در اثر حضور میدان های کششی در اطراف ذرات کاربید سیلیسیم بخاطر اختلاف در ضریب انبساط حرارتی بین ذرات فاز ثانویه و زمینه و پدیده میکروترک ذکر شده است.

بطور کلی مکانیزم انحراف ترک در راس ترک عمل می کند. وقتی ترک اشاعه پیدا می کند، به دلیل رسیدن به فاز دوم یا فصل مشترک از مسیر اصلی که صفحه تنش نرمال است، منحرف می شود. این انحراف ترک به یکی از دلایل مقاومت شکست بالای فاز دوم، دانه های طویل ساختار اصلی و تنش های متمرکز باقیمانده اتفاق می افتد. مشاهدات انجام گرفته با استفاده از میکروسکوپ الکترونی، انحراف ترک توسط نانوذرات کاربید سیلیسیم و وجود میکروترک های ایجاد شده در اثر تنش های پسماند در حین سرد شدن را نشان داده است که می توانند باعث ارتقا چقرمگی شکست کامپوزیت شوند. همچنین با توجه به استفاده از تقویت کننده نانوذره در کامپوزیت مورد نظر، گستردگی مطلوب و

۱۶۰۰ °C مقادیر خیلی نزدیکی به همدیگر دارند که می توان به این نکته پی برد که این دما، دمای بهینه عملیات حرارتی کامپوزیت می باشد. این افزایش را می توان به بحث بهبود ترک ارتباط داد که باعث کاهش دانسیته نقایص و همچنین کاهش اندازه ترک بحرانی می شود. همانطوریکه توضیح داده شد، بهبود ترک را می توان به اکسیداسیون ذرات SiC نیز نسبت داد. علاوه بر این، بدلیل استفاده از اتمسفر هوا انجام واکنش سطحی واضح می باشد که مقدار آن با افزایش دما و زمان آنیل افزایش می یابد.



شکل ۷: میانگین نتایج چقرمگی شکست نمونه میکرو-نانو با عملیات حرارتی در دماهای مختلف به مدت ۲ ساعت.



شکل ۸: میانگین نتایج چقرمگی شکست نمونه نانو-نانو با عملیات حرارتی در دماهای مختلف به مدت ۲ ساعت.

با مقایسه نتایج بدست آمده با کارهای انجام شده قبل متوجه می شویم که عملیات حرارتی نانو کامپوزیت آلومینا-کاربید سیلیسیم بطور قابل توجهی چقرمگی شکست را افزایش داده است. که از آن جمله می توان به موارد ذکر شده در جدول شماره ۲ اشاره کرد [۱۶،۲۰-۲۳].



آنها به یک ساختار بازتر جلوگیری می کنند. در حضور تنش های کششی قوی در نزدیکی نوک ترک، این ذرات ناپایدار قادر خواهند بود به ذراتی پایدار تبدیل شوند که در نتیجه افزایش حجم آنها با ایجاد یک منطقه دگرگون شده، انرژی ترک را جذب کرده و تانسین شکست را افزایش می دهند. با تشکیل فازهای نرم مانند مولایت و اسپینل و قرار گرفتن در مرز دانه ها و تخلخل ها و حفرات، از رشد ترک جلوگیری شده و در نتیجه چقرمگی شکست افزایش می یابد. همچنین با تشکیل فازهای نرم مانند مولایت و اسپینل و قرار گرفتن در مرز دانه ها و تخلخل ها و حفرات، از رشد ترک جلوگیری شده و چقرمگی شکست افزایش می یابد.

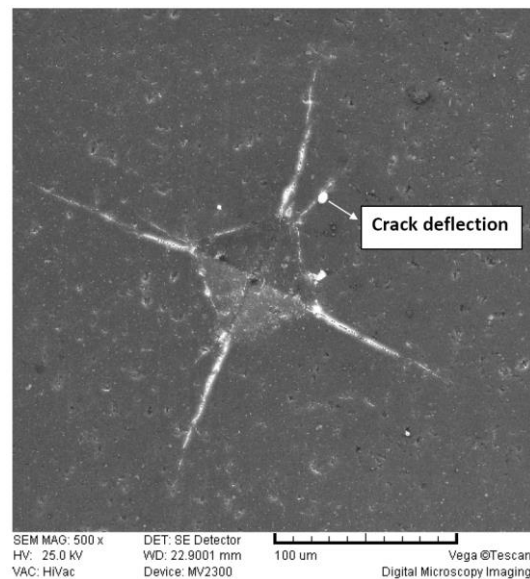
### ۳-۴- بررسی سختی نانو کامپوزیت ها

بررسی سختی نمونه ها، بر اساس استاندارد ASTM C1327 انجام گردید و از نمونه های با سطح پولیش شده با خمیر الماسه یک میکرون استفاده شد [۲۶]. در هر آزمایش از پنج نقطه نمونه تست سختی انجام و متوسط آنها به عنوان سختی نهایی نمونه گزارش شد.

تاثیر دمای عملیات حرارتی بر سختی برای کامپوزیت های نانو-نانو و میکرو-نانو در شکل های ۱۰ و ۱۱ نشان داده شده است. مشاهده می شود که با افزایش دمای عملیات حرارتی، سختی نمونه ها روند کاهشی طی می کنند. با افزایش دمای عملیات حرارتی دانه ها رشد کرده اند که این امر باعث کاهش سختی کامپوزیت ها می شود. سختی عموماً با افزایش اندازه دانه کاهش می یابد که این امر از اثر هال-پچ بر روی جریان پلاستیک ناشی می شود. برای نفوذ کننده های هر می شکل مانند روش ویکرز، سختی می تواند از رابطه زیر به اندازه دانه مربوط شود، که در آن  $D$  قطر دانه،  $H$  سختی و  $H_0$  و  $K_H$  ثوابت هستند. لذا با افزایش اندازه دانه که باعث افزایش قطر دانه می گردد، مقدار سختی رو به کاهش می گذارد.

$$H = H_0 + K_H / \sqrt{D} \quad (4)$$

قابل توجهی در زمینه آلومینایی صورت گرفته است و در مقایسه با کامپوزیت های دیگر از این نوع، قابلیت افزایش بیشتری در چقرمگی شکست را شاهد هستیم و بیانگر این مطلب است که نانو کامپوزیت مورد نظر قابلیت مکانیکی بالاتری نسبت به انواع غیر نانویی دارد. در شکل ۹ انحراف ترک و متوقف شدن آن در اثر برخورد با نانوذرات را می توان مشاهده کرد.



شکل ۹: انحراف ترک و متوقف شدن آن در اثر برخورد با ذرات.

علاوه بر این، دلیل دیگر افزایش چقرمگی را می توان به تغییر فاز در میدان تنش راس ترک نسبت داد. در جلوتر از ترک یک میدان تنش پیچیده ای وجود دارد. بنابراین در ناحیه جلوی ترک انبساطی حاصل می شود که می تواند قید جلوگیری کننده تغییر فاز را رها سازد تا تغییر فاز ممکن شود. که بعد از تغییر فاز در میدان تنش، ذرات در حالت پایدار قرار می گیرند و منطقه تغییر فاز شده در اطراف ترک تشکیل می شود. این سازوکار در واقع موثرترین روش افزایش چقرمگی است.

بطور کلی این حالت شامل ذرات یک ساختار بلوری ناپایدار است که تنش های فشاری حاصل از زمینه اطراف از تبدیل

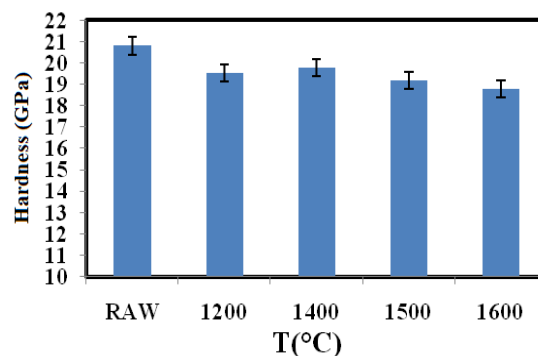
تافنس مطلوب نمونه‌های نانو کامپوزیتی عملیات حرارتی شده می‌باشد.

شکل ۱۳ تصاویر SEM از اعمال اثر ویکرز در نمونه‌های آنیل شده در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  را نشان می‌دهد.

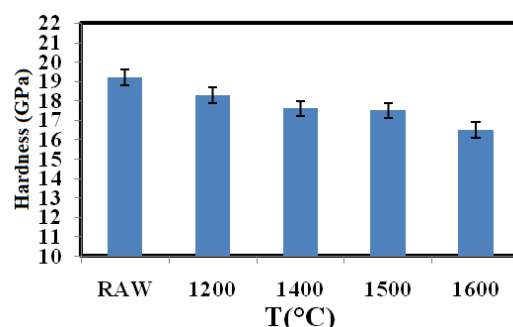
همانطوریکه در شکل ۱۳ مشاهده می‌شود هیچ گونه ترکی در اثر اعمال اثر ویکرز به وجود نیامده است، در حالی که در تمامی نمونه‌های بدون عملیات حرارتی، ترک در اثر اعمال اثر ویکرز به وجود می‌آید که این نکته نشان می‌دهد با عملیات حرارتی آنیلینگ کامپوزیت‌ها، چقرمگی شکست نمونه‌ها در حد مطلوبی افزایش یافته است.

در شکل ۱۴، با مشاهده تصاویر سطح شکست و مقایسه تصاویر سطح شکست نانو کامپوزیت خام با سطح شکست نانو کامپوزیت عملیات حرارتی شده، مشاهده می‌شود که در میان حجم ماده، هیچ دلیلی برای حضور محصولات واکنش در سطوح شکست نمونه‌های عملیات حرارتی شده وجود ندارد و سطوح شکست مشابه نمونه نانو کامپوزیتی خام می‌باشد.

نانوذرات کاربید سیلیسیم یا در درون دانه‌های آلومینا قرار می‌گیرند و یا اینکه در مرزدانه واقع شده‌اند که در هر دو حالت، شکست از نوع درون دانه‌ای می‌باشد. در صورتی که نانوذرات کاربید سیلیسیم درون دانه‌های آلومینا قرار گیرند، تنش‌های کششی باقیمانده درون دانه‌های آلومینا باعث انتشار ترک به سمت نانوذرات کاربید سیلیسیم درون دانه‌ای می‌شود. در حالت دوم اگر نانوذرات کاربید سیلیسیم در مرزدانه‌ها قرار گیرند، آنگاه انتشار ترک به سمت مرکز دانه صورت می‌گیرد. در هر دو حالت ترک به درون دانه آلومینا وارد شده و باعث افزایش پیوند مرز دانه گشته و در نتیجه شکست از درون دانه‌های آلومینا رخ می‌دهد.



شکل ۱۰: میانگین سختی نمونه‌های نانو-نانو در دماهای عملیات حرارتی مختلف به مدت ۲ ساعت.



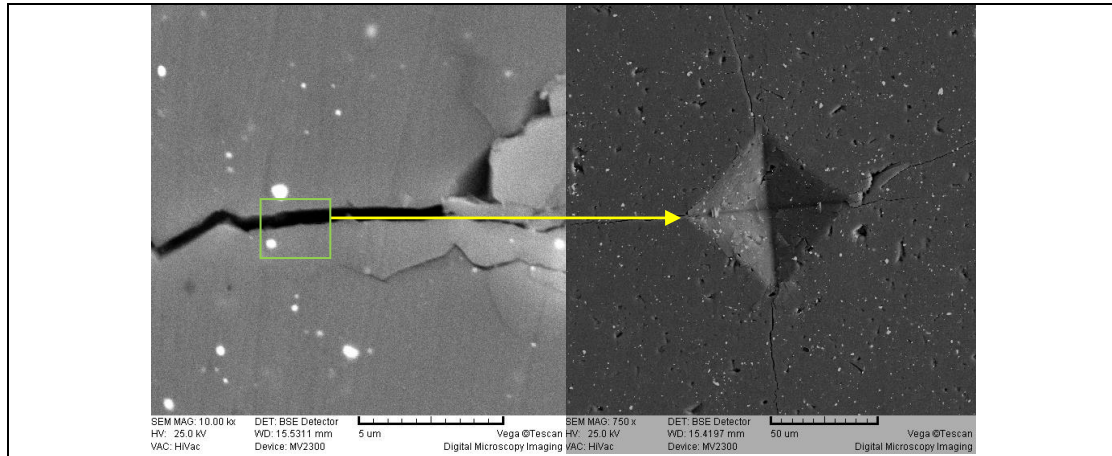
شکل ۱۱: میانگین سختی نمونه‌های میکرو-نانو در دماهای عملیات حرارتی مختلف به مدت ۲ ساعت.

همچنین کاهش سختی را می‌توان به تشکیل فازهای ثانویه مانند فاز مولایت نیز نسبت داد. با توجه به اینکه سختی مولایت از آلومینا کمتر می‌باشد، می‌تواند سختی نانو کامپوزیت را نیز کاهش دهد.

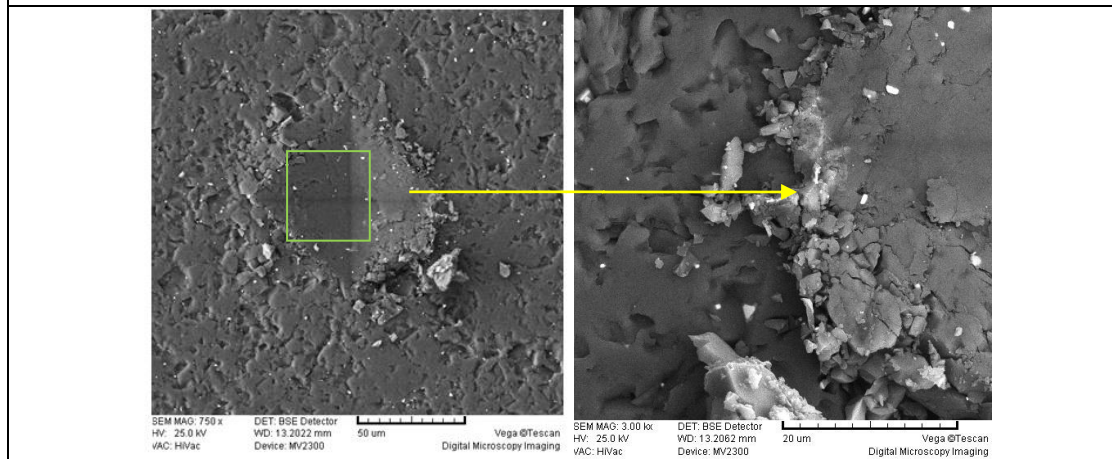
### ۳-۵- ریزساختار و رفتار شکست نانو کامپوزیت‌های

#### عملیات حرارتی شده به روش SEM

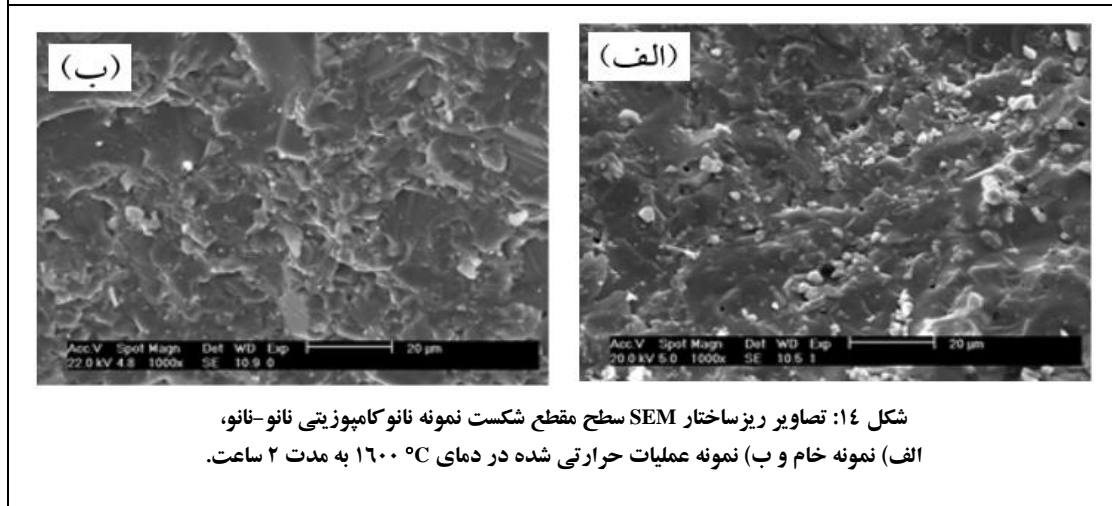
شکل ۱۲ تصاویر SEM از ترک‌های ایجاد شده بوسیله اثر ویکرز بر روی نمونه‌ها، قبل از عملیات حرارتی (آنیل) را نشان می‌دهد. در بسیاری از نمونه‌های آنیل شده در دمای بالا، بعد از اعمال اثر ویکرز هیچ ترکی ایجاد نشد که نشان دهنده



شکل ۱۲: تصاویر SEM از ترک‌های ایجاد شده توسط اثر ویکرز بر روی نمونه‌ها قبل از عملیات حرارتی.



شکل ۱۳: تصاویر SEM از اثر ویکرز بر روی نمونه‌ها بعد از عملیات حرارتی در دمای ۱۵۰۰ °C به مدت ۲ ساعت.



شکل ۱۴: تصاویر ریزساختار SEM سطح مقطع شکست نمونه نانو کامپوزیتی نانو-نانو، (الف) نمونه خام و (ب) نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰ °C به مدت ۲ ساعت.

## ۴- نتیجه گیری

چقرمگی شکست نمونه میکرو-نانو اتفاق افتاد و بیشترین مقدار بصورت  $4/753 \text{ MPa.m}^{1/2}$  بدست آمد. با بررسی سختی نمونه‌های نانو کامپوزیت، مقادیر سختی با اعمال عملیات حرارتی در دماهای مختلف روند کاهشی داشته است، که می‌توان آن را به رشد دانه‌های کامپوزیت ربط داد که منجر به کاهش سختی شده است. همچنین با بررسی آنالیزهای حاصل از میکروسکوپ الکترونی مشاهده گردید که اثرات تست ویکرز برای نمونه‌های کامپوزیتی عملیات حرارتی شده هیچ گونه ترکی را به همراه نخواهد داشت، که به نوبه خود باعث بهبود خواص مکانیکی نانو کامپوزیت می‌گردد. در جمع‌بندی نهایی می‌توان گفت که عملیات حرارتی نانو کامپوزیت‌های سنتز شده در حالت بهینه  $1500^\circ\text{C}$  به مدت ۲ ساعت باعث بهبود خواص مکانیکی می‌شود و تاثیر عملیات حرارتی بر روی ترمیم ترک‌های ایجاد شده و چقرمگی شکست قابل توجه است.

## مراجع

- [1] D. Galusek, D. Galuskova, *Nanomaterials*, **5**, 2015, 115.
- [2] J.L. Huang, P.K. Nayak, "Strengthening Alumina Ceramic Matrix Nanocomposites Using Spark Plasma Sintering", Woodhead Publishing Limited, Sawston 2014, 24.
- [3] H. Reveron, O. Zaafrani, G. Fantozzi, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **30**, 2010, 1351.
- [4] P. Palmero, *Nanomaterials*, **5**, 2015, 656.
- [5] G.B. Shan, Y.Z. Chen, M.M. Gong, H. Dong, B. Li, F. Liu, *J. Mater. Sci.*, **34**, 2018, 599.
- [6] X.L. Shi, F.M. Xu, Z.J. Zhang, Y.L. Dong, Y. Tan, L. Wang, J.M. Yang, *Mater. Sci. Eng.*, **527**, 2010, 4646.
- [7] S. Ribeiro, G.C. Ribeiro, M.R. Oliveira, *Materials Research*, **18**, 2015, 525.
- [8] R. Wu, K. Zhou, C.Y. Yue, J. Wei, Y. Pan, *Progress in Materials Science*, **72**, 2015, 1.
- [9] F. Chen, S. Yang, J. Wu, J.A.G. Perez, Q. Shen, J.M. Schoenung, E.J. Lavernia, L. Zhang, *J. Am. Ceram. Soc.*, **98**, 2015, 732.
- [10] S.W. Kim, K.A. Khalil, *J. Am. Ceram. Soc.*, **89**, 2006, 1280.
- [11] A.A. Gazawi, Ph.D. Thesis, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2014.
- [12] D. Wang, C. Xue, Y. Cao, J. Zhao, *Ceram. Int.*, **44**, 2018, 5093.
- [13] Y. Cheng, B. Xia, C. Fang, L. Yang, *J. Mater. Sci. Technol.*, **33**, 2017, 1187.
- [14] M. Parchoviansky, D. Galusek, M. Michalek, P. Svancarek, M. Kasiarova, J. Dusza, M. Hnatko, *Ceram. Int.*, **40**, 2014, 1807.
- [15] L.A. Timms, C.B. Ponton, M. Strangewood, *Journal of Eur. Ceram. Soc.*, **15**, 2002, 1569.
- [16] H.Z. Wang, L. Gao, J.K. Guo, *Ceramics International*, **26**, 2000, 391.
- [17] T. Osada, W. Nakao, K. Takahashi, K. Ando, S. Saito, *Journal of the European Ceramic Society*, **27**, 2007, 3261.

در کار تحقیقاتی صورت گرفته، ابتدا نانو کامپوزیت آلومینا-کاربید سیلیسیم با اختلاط و آسیاب نانو پودرها و پودرها و سپس با روش پرس داغ (HP) سنتز گردید و سپس مرحله عملیات حرارتی (آنیلینگ) در دماهای  $1200^\circ\text{C}$  تا  $1600^\circ\text{C}$  بر روی آنها انجام گرفت و سپس آنالیزهایی مانند آنالیز فازی XRD و میکروسکوپ الکترونی SEM برای بررسی فازها و ریزساختار کامپوزیت‌ها مورد استفاده قرار گرفت. همچنین خواص مکانیکی نانو کامپوزیت مانند، ترمیم ترک پس از عملیات حرارتی، چقرمگی شکست، سختی و رفتار شکست پس از عملیات حرارتی بطور دقیق با میانگین پنج تست اندازه‌گیری مورد بررسی قرار گرفتند. با بررسی آنالیز فازی XRD بر روی نانو کامپوزیت‌های نانو-نانو پس از عملیات حرارتی آنیلینگ در دمای  $1500^\circ\text{C}$  به مدت ۲ ساعت فازهای ترکیبی نظیر مولایت که حاصل از واکنش سطحی ذرات کاربید سیلیسیم و آلومینا است، که باعث افزایش استحکام بر روی سطح کامپوزیت‌ها می‌شود و همچنین اکسید سیلیسیم نیز دیگر فاز تشخیص داده شده است، که این فازها می‌توانند در تخلخل‌ها جای گیرند و می‌توانند در مقابل رشد ترک حاصل از تنش مقاومت کنند و به این صورت باعث افزایش استحکام کامپوزیت شوند. همچنین عملیات حرارتی در دمای بالاتر از دمای  $1500^\circ\text{C}$  باعث ترمیم ترک‌ها در نانو کامپوزیت‌ها می‌شود، همانطور که در تصاویر SEM قبل و بعد از عملیات حرارتی نشان داده شده است، ترمیم ترک بشکل مصور نیز نمایش داده شده است تا بیشتر به تاثیر گذاری این عملیات پی برد، بنابراین با آنیلینگ نمونه‌ها، ترک‌ها ترمیم شده و خواص مکانیکی نیز بهبود می‌یابد. در ادامه چقرمگی شکست نانو کامپوزیت‌ها به روش Anstis و همکارانش بررسی شد و محاسبه گردید که در تحقیق حاضر نتایج بسیار قابل قبولی از چقرمگی شکست نمونه‌ها بدست آمد، و چقرمگی شکست نمونه نانو-نانو با افزایش دمای حرارتی روند افزایشی داشته است و به مقدار ماکزیم  $5/563 \text{ MPa.m}^{1/2}$  رسیده است و همین روند برای

- [22] X. Sun, J.G. Li, S. Guo, Z. Xiu, K. Duan, X.Z. Hu, *J. Am. Ceram. Soc.*, **88**, 2005, 1536.
- [23] N. Saheb, K. Mohammad, *Ceram. Int.*, **42**, 2016, 12330.
- [24] Z. Wang, S. Wang, X. Zhang, P. Hu, W. Han, C. Hong, *Alloys and Compounds*, **4**, 2009, 390.
- [25] X.H. Zhang, Z. Wang, P. Hu, W.B. Han, C.Q. Hong, *Scripta Materialia*, **61**, 2009, 809.
- [26] Standard test method for Vickers Indentation Hardness of Advan. Ceramics, Book of standard, ASTM C1327-15, 2015.
- [18] S. Po. Liu, K. Ando, B.S Kim, K. Takahashi, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, **36**, 2009, 563.
- [19] G.R. Anatis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, *Journal of the American Ceramic Society*, **64**, 1981, 533.
- [20] O.T. Johnson, P. Rokebrand, I. Sigalas, "Microstructure and Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC", *Proceedings of the World Congress on Engineering*, UK, London, 2014.
- [21] D. Sciti, J. Vicens, A. Bellosi, *Journal of Materials Science*, **37**, 2002, 3747.