KING KHALID UNIVERSITY
مجلة جامعة الملك خالد
للعلوم الطبيعية، والطبية، والتقنية
علمية - نصف سنوية - محكمة
KING KHALID UNIVERSITY
المجلد الثاني - العدد الثالث
١٤٢٧هـ - ٢٠٠٦م

The Mechanical Properties of Si3N4 Ceramic Material Treated by Pulsed Laser Nd-YAG

By

A. Y. Majeed
King Khalid University
College of Engineering

E. Y. EL-Kady
King Khalid University
College of Engineering

Abstract:

The structure and mechanical properties of ceramic materials were investigated through a specimen fabricated from Si3N4 material and treated under different conditions using pulsed laser Nd-YAG. Mechanical properties such as, hardness, bending stress, and stress intensity factor were used to investigate the effect of pulsed laser treatment. The experimental work was extended also to study the effect of the annealing process on the behavior of ceramic specimens.

The obtained results indicated that the microhardness, the bending stress, and the stress intensity factor of treated specimens using pulsed laser were decreased relative to the untreated specimens' results. It also indicated that the bending stress is related to the depth of machined layer and the changes of microhardness values through the distance from the treated surface. The annealing process for the specimens, fabricated by sintering process and treated by laser, improved the tested mechanical properties. This is due to the fact that the annealing process produces a liquid phase on the grain boundaries which closes the micro cracks and refines grains structure.

KEYWORDS: laser treatment, ceramic materials, mechanical properties, sintering and annealing.

الخواص الميكانيكية لخامات نتريد السيلكون المعالجة بأشعة الليزر النبضي Nd- YAG

د.عبد الله يوسف مجيد*

أستاذ مساعد في كلية الهندسة الميكانيكية و الكهربائية- جامعة دمشق- الجمهورية العربية السورية،و المعار حاليا لكلية الهندسة- جامعة الملك خالد – المملكة العربية السعودية.

د. السيد يوسف القاضي**

أستاذ بقسم الهندسة الميكانيكية – كلية الهندسة بشبرا – جامعة بنها – جمهورية مصر العربية، و المعار حاليا لكلية الهندسة – جامعة الملك خالد – المملكة العربية السعودية.

ملخص البحث:

البنية البلورية و الخواص الميكانيكية لخامات السيراميك تم دراستها من خلال عينات مصنعة من نتريد السيلكون المعالج باستخدام أشعة الليزر النبضي Nd – YAG. الخواص الميكانيكية مثل الصلادة و إجهاد الانحناء ومعامل تركيز الإجهادات (K1c) استخدمت لدراسة تأثير المعالجة باستخدام أشعة الليزر. كذلك تأثير عملية التلدين على سلوك عينات السيراميك.

وقد أظهرت نتائج البحث أن الصلادة الميكروية و إجهاد الانحناء و معامل تركيز الإجهادات للعينات المعالجة بأشعة الليزر قد انخفض بالمقارنة بالعينات غير المعالجة بأشعة الليزر. كما أظهرت تلك النتائج أن إجهاد الانحناء يعتمد على عمق الطبقة المزالة و التغير في قيمة الصلادة الميكروية خلال المسافة من السطح المعالج. أما عملية التلدين للعينات المصنعة بطريقة ميتالورجيا المساحيق و المعالجة بأشعة الليزر أظهرت تحسن في الخواص الميكانيكية، حيث أن عملية التلدين تنتج الطور السائل على حدود الحبيبات، و بالتالي تغلق الشقوق الميكروية و تنعم البنية.

مقدمة:

إن التطور العلمي الهائل في المجالات الهندسية هو في حاجة كبيرة جدا" لوجود مواد هندسية ذات خواص ميكانيكية و ترايبولوجية و فيزيائية تتناسب مع هذا التطور الكبير. ولهذا فإن استخدام المواد السيراميكية في أجزاء الماكينات و عدد القطع هو أحد الاتجاهات التي يجب دراستها بغية توفير مواد هندسية ذات خواص تتوافق مع متطلبات التطور الهندسي.و تعتبر علاقة بنية المواد السيراميكية بخواصها من أهم المشاكل التي يتناولها علم المواد الحديث، حيث أن مقاومة و متانة المواد السيراميكية **Ceramic Materials** يعتمد على تحديد الخواص الميكانيكية **Mechanical Properties** والبنية السطحية للمادة [١].

يتميز استخدام المواد السيراميكية كمواد إنشائية أو عددية بشكل كبير عن الخلائط المعدنية المقاومة حيث تؤمن هذه المواد ارتفاعا" كبيرا" في المستوى التقني لأداء الآلات و جدوى اقتصادية عالية من حيث التكلفة و فعالية الأنظمة الكهربائية و التقنية، و علاوة على ذلك أن المواد الأولية التي تصنع منها هذه المواد هي مواد متوفرة في الطبيعة و أن عمليات إنتاجها ذات أنظمة ملائمة للبيئة [٢].

ويرتبط تطور علم بناء الآلات بارتفاع مستمر في درجة حرارة الأجسام العاملة و خاصة بالنسبة لتصميم المحركات، وفي الوقت الحاضر و بشكل أساسي يتم التغلب على ارتفاع درجة الحرارة باستخدام أنظمة تبريد مختلفة. و حيث أن كفاءة المحركات و التوربينات تعتمد على درجة الحرارة داخل غرفة الاحتراق حيث أن الكفاءة تزداد بزيادة درجة الحرارة داخل غرفة الاحتراق. لذلك فإن استخدام عمليات التبريد يقلل من كفاءة المحركات و التوربينات، و الحل الأمثل لرفع مستوى أداء هذه المعدات و زيادة اقتصادياتها هو استخدام مواد يمكن بواسطتها الاستعاضة عن الخلائط التقليدية المقاومة للحرارة بمواد أخرى مثل المواد السيراميكية. لقد تطورت في الآونة الأخيرة تكنولوجيا معالجة المواد السيراميكية على أساس استخدام التركيز الكبير للطاقة مثل التفريغ الكهربائي و البلازما و الحزم الإلكترونية و الأشعة الليزرية، حيث تعتمد هذه الطرق على تأثير الطاقة بشكل أو بآخر على المادة من أجل تشكيل عناصر ذات خواص فيزيائية و ميكانيكية محددة.

لقد أصبح اهتمام العلماء في مجال بناء الآلات باستخدام الليزر لمعالجة المواد السيراميكية كبيرا" جدا" بسبب الإمكانيات الكبيرة لهذه التقنية، و لقد أنجز في الوقت الحاضر العديد من الأبحاث في هذا المجال و التي لها نتائج عملية في استخدام هذه التقنية في معالجة المواد السيراميكية [3,4] . و لكن لم تلق آلية تغير بنية المادة عند تأثرها بالحزمة الليزرية شرحا كافيا إلى الآن، و لهذا يهدف هذا البحث إلى دراسة تأثير

المعالجة بأشعة الليزر النبضي Nd - YAG على الخواص الميكانيكية و البنية البلورية للمواد السيراميكية، و قد تم اختيار نتريد السيلكون لإجراء هذا البحث لأنه يعتبر من المواد السيراميكية شائعة الاستخدام في التطبيقات الهندسية.

نتريد السيلكون :

إن نتريد السيلكون Silicon Nitride هو مادة ذات ارتباط تكافئي قوي و مقاومة عالية للحرارة Heat Resistance و التآكل Wear و قساوة كبيرة Hardness و كذلك بنية منخفضة التحركات الإنخلاعية Dislocation و العمليات الإنتشارية Diffusion[5]. يوجد في نظام سيلكون – آزوت فقط نموذج واحد من نتريد السيلكون هو Si_3N_4 الذي يتواجد على شكل طورين: α-Si_3N_4 عند درجات الحرارة المنخفضة و الثاني β- Si_3N_4 عند درجات الحرارة المرتفعة. و تملك التحولات الطورية $\alpha \leftrightarrow \beta$ التي تحدث عند درجة حرارة حوالي 1500 °C أهمية خاصة في الحصول على مادة السيراميك ذات الأساس نتريد السيلكون و ذلك عند عمليات تكثيفها، كما ولا توجد درجة حرارة محددة و دقيقة لانصهار هذا النتريد و التي من الصعب الوصول إليها بسبب الاستقرار الحراري المنخفض للروابط عند درجة حرارة أعلى من 1600 °C حيث يتفكك هذا النتريد إلى Si و N_2 [٦]. و يبين الجدول (١) خواص نتريد السيلكون الإنشائي.

جدول رقم (1) الخواص الميكانيكية و الفيزيائية لنتريد السيلكون Si_3N_4 [7] .

الخواص الميكانيكية و الفيزيائية	تلدين بدون ضغط	تشكيل على الساخن	تلدين تفاعلي
الكثافة g/cm^3	3.04	3.18	2.76
المسامية المفتوحة، P %	٠	٢	١٥
إجهاد الانحناء، MPa عند 25 °C عند 1000 °C	650 460	845 680	296 300
معامل يونغ، E, GPa	230	310	160
معامل تركيز الإجهادات، K_{1c}, $MPa.m^{1/2}$	5.3	5.0	3.6
القساوة السطحية، MPa	-	22000	10000
معامل التمدد الحراري، °C	$3.3* 10^6$	$3.28 * 10^6$	$3.0* 10^6$
مقاومة الزحف، σ_p , MPa	280 (1000h, 1000 °C)	-	290 (1000h, 1000°C)
درجة حرارة الانصهار، °C	1900	1900	1900
أعلى درجة حرارة استخدام، °C	1400	1500	1500

شروط التجارب:

في هذا البحث تم استخدام عينات من مساحيق نتريد السيلكون الدقيقة الحجم (3 – 10 µm) مشكلة على الساخن بواسطة المكبس الهيدروليكي بضغط نوعي يصل إلى 30 MPa و ذلك لتأمين مسامية (3- 4 %)، حيث تم تعبئة الحاويات بطريقة حرة و كانت العينات ذات أبعاد نظامية بالنسبة لاختبار الانحناء 5 mm × 10 × 55، و عينات أخرى عبارة عن صفائح أسطوانية الشكل بسماكة 3mm و قطر 30mm لبقية الاختبارات، وزنت العينات في الميزان التحليلي ذو دقة 0.01 وأجريت عليها عملية التلبيد الحراري Sintering مقترنة مع عملية الكبس أي التشكيل على الساخن في فرن تحريضي في قالب من الغرافيت عند درجة حرارة (1700 ± 20 °C) خلال فترة زمنية 2h في وسط خامل ثم نظفت العينات بواسطة غاز خامل. ونتيجة للتشكيل على الساخن في قالب من الغرافيت حصلنا على عينات عالية الكثافة، حيث بدأ انكماش العينات أثناء عملية التشكيل على الساخن عند درجة حرارة 1450°C و انتهى عند 1700 °C، و وصلت نسبة الفقدان في الكتلة إلى 18%، إن فقدان الكتلة عند عملية التلبيد الحراري للمساحيق الدقيقة الحجم تتوافق مع ما تم الحصول عليه في الدراسات السابقة [8]. أما عملية المعالجة بأشعة الليزر فتمت باستخدام ليزر نيوديميوم Nd – YAG حيث كانت طاقة النبضة (1.5mJ.) و كثافة الطاقة (0.5 – 3.55 J/m^3.) و زمن تأثير النبضة 4 Sec أما طول الموجة 1.06 µm. و كان توزيع كثافة شعاع الليزر في مقطع الحزمة الليزرية متجانسا" لضرورة الحصول على حقل حراري متناسق بواسطة معايرة العدسة Focus من أجل الحصول على حزمة منشورية Spot ذات قطر للحزمة 2mm، و تتحرك العينة بالنسبة للحزمة الليزرية بسرعة 50 mm/min و ضغط الهواء 6×10^5 Pa وقد تمت دراسة البنية المجهرية Microstructure وسماكة منطقة الانصهار والقساوة الميكروية Microhardness بواسطة المجهر الضوئي من صنع شركة Buehler ماركة Micromet والمزود بجهاز رقمي لقياس القساوة الميكروية بواسطة مقياس فيكرز عند حمولة 0.98 N .أما قياس معامل تركيز الإجهادات K_{1c} فتم على نفس الجهاز و ذلك بدراسة تغير الحمولة من 0.98N حتى لحظة ظهور التشققات الميكروية على العينة. أما الاختبارات الميكانيكية فقد أجريت على آلة الاختبارات العامة ماركة Instron.

النتائج و المناقشة:

بالفحص المجهري للعينات لوحظ الآتي:

التغير في بنية المواد السيراميكية عند المعالجة بأشعة الليزر يرتبط بآلية انهيار المادة عند تأثرها بالحزمة الليزرية و يمكن ملاحظة ثلاث مناطق في البنية عند استخدام شعاع الليزر في معالجة المواد السيراميكية و هي:

- المنطقة الأولى عبارة عن بنية منصهرة لا بلورية Amorphous تقع عند سطح المادة المعالجة مباشرة.
- المنطقة الثانية عبارة عن سيلكون بلوري Crystal Silicon with Oxides مع أكسيد مركب وهذه الطبقة تلي الأولى وتقترب من منتصف العينة.
- و المنطقة الثالثة هي عبارة عن الطور β – نتريد السيلكون وتظهر هذه المنطقة في أسفل العينة كما هو مبين في الشكل(١) و هذه النتائج تتفق مع العديد من الأبحاث في هذا المجال [4,9]، التي بينت وجود تغير في بنية المادة حتى عمق 70 – 100 μm عن السطح المعالج و على شكل تكثيف للمادة في هذه الطبقة و تنعيم لحبيبات المادة السيراميكية وزيادة انتظام و تنسيق وضع الحبيبات. و يبين الفحص المجهري للبنية أن طورا" زجاجيا" Glassy phase يخرج عند حدود أطوار نتريد السيلكون Si_3N_4 وعلى حدود الحبيبات و أن المنطقة الإنتشارية على الحدود الفاصلة بين الأطوار متوسعة.

الشكل (١) البنية المجهرية للمنطقة المعالجة بأشعة الليزر X250

و حيث أن درجة إنهاء و نظافة السطح المعالج تعتمد على الغاز المساعد المستخدم لإزالة الناتج من المعالجة بأشعة الليزر، حيث يؤثر استخدام الغاز المساعد على شدة شكل النتوءات أي على نعومة السطح و على التركيب الكيميائي للمنطقة السطحية حيث ان وجود الغاز المساعد يمنع او يحد من التفاعلات الكيميائية بين البلورات المنصهرة والجو المحيط بعملية المعالجة. كذلك معدل تدفق الغاز وانتظامه ومقدار ضغط الغاز يؤثر على استواء الطبقة المنصهرة من سطح العينة وبالتالي على درجة خشونة السطح، و يلاحظ على السطح المعالج بشكل خاص عند استخدام الهواء أو الأكسجين

كغارات مساعدة لإزالة نواتج المعالجة وجود كميات كبيرة من نقاط الأكاسيد. إن وجـود بعـض أكاسيد المعادن في البنية تستخدم كإضافات أو عناصر تسبيك عند الحصول على المواد السـيراميكيه المختلفة لتحسين خواصها الميكانيكية [10].

تغير البنية عند الطبقات السطحية و نوعية السطح المعالج يؤثران على تغير الخواص الميكانيكيـة لمادة نتريد السيلكون و التي تكون في نهاية الأمر محددة بحسب طبيعة التشغيل و قدرتها على العمل.

و لتحديد معايير الخواص الميكانيكية تم اختبـار بعـض الخـواص مثـل القسـاوة الميكرويـة Microhardness و إجهاد الانحناء Bending stress و معامل تركيز الإجهادات Stress Intensity Factor و التي تفيد بإعطاء تقييم كاف حول استخدام هذه المادة في الظروف الطبيعية لاستخدامها.

يتألف السطح الناتج عن المعالجة بالليزر النبضي Nd – YAG من بقعة من الأكاسـيد الـتي تكون بلورانها كبيرة و أخرى صغيرة حيث تؤثر هذه الأكاسيد المتكونة من الحت الليزري Erosion و التي تكون متماسكة بالمادة الأم على الخواص الميكانيكية المختلفة.

يبين الجـدول (٢) تغـير إجهـاد الانحنـاء Bending Stress و القسـاوة الميكرويـة Microhardness لنتريد السيلكون المشكل بالكبس على الساخن، و ذلك قبل وبعـد إجـراء المعالجة بأشعة الليزر على المادة المختبرة.

جدول رقم (٢): قيم القساوة الميكروية و إجهاد الانحناء قبل و بعد المعالجة بأشعة الليزر.

المادة السيراميكية Si_3N_4	إجهاد الانحناء σ_b ,[MPa]	القساوة الميكروية Hv, [MPa]
قبل المعالجة بالليزر	370	11800
بعد المعالجة بالليزر	270	9300

لقد أظهرت النتائج أنه تنشأ هشاشة لسطح العينات المعالجة بالليزر، و تناقص في قـيم إجهـاد الانحناء σ_b كما هو مبين في الشكل (2,a) و الذي يعطي صورة عن علاقة إجهاد الانحناء بعمـق الطبقة المعالجة و التي تصل إلى 70. μm إن سبب نقصان إجهاد الانحناء بعد المعالجة بأشعة الليـزر يعود إلى احتمال تكون شقوق ميكرويةMicro-Crack ناتجة عن تأثير الصدم الحراري [5].كما هو مبرهن من خلال تحليل البنية البلورية للمعدن كما في الشكل (2-a).

و حيث أن درجة إنهاء و نظافة السطح المعالج تعتمد على الغاز المساعد المستخدم لإزالة الناتج من المعالجة بأشعة الليزر، حيث يؤثر استخدام الغاز المساعد على شدة شكل النتوءات أي على نعومة السطح و على التركيب الكيميائي للمنطقة السطحية حيث ان وجود الغاز المساعد يمنع او يحد من التفاعلات الكيميائية بين البلورات المنصهرة والجو المحيط بعملية المعالجة. كذلك معدل تدفق الغاز وانتظامه ومقدار ضغط الغاز يؤثر على استواء الطبقة المنصهرة من سطح العينة وبالتالي على درجة خشونة السطح، و يلاحظ على السطح المعالج بشكل خاص عند استخدام الهواء أو الأكسجين كغازات مساعدة لإزالة نواتج المعالجة وجود كميات كبيرة من نقاط الأكاسيد. إن وجود بعض أكاسيد المعادن في البنية تستخدم كإضافات أو عناصر تسبيك عند الحصول على المواد السيراميكيه المختلفة لتحسين خواصها الميكانيكية [10].

تغير البنية عند الطبقات السطحية و نوعية السطح المعالج يؤثران على تغير الخواص الميكانيكية لمادة نتريد السيلكون و التي تكون في نهاية الأمر محددة بحسب طبيعة التشغيل و قدرتها على العمل.

و لتحديد معايير الخواص الميكانيكية تم اختبار بعض الخواص مثل القساوة الميكروية Microhardness و إجهاد الانحناء Bending Stress و معامل تركيز الإجهادات Stress Intensity Factor و التي تفيد بإعطاء تقييم كاف حول استخدام هذه المادة في الظروف الطبيعية لاستخدامها.

يتألف السطح الناتج عن المعالجة بالليزر النبضي Nd – YAG من بقعة من الأكاسيد التي تكون بلورتها كبيرة و أخرى صغيرة حيث تؤثر هذه الأكاسيد المتكونة من الحت الليزري Erosion و التي تكون متماسكة بالمادة الأم على الخواص الميكانيكية المختلفة.

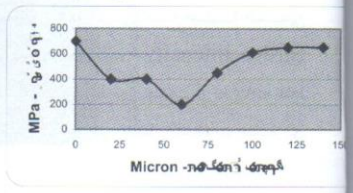
يبين الجدول (٢) تغير إجهاد الانحناء Bending Stress و القساوة الميكروية Microhardness لنتريد السيلكون المشكل بالكبس على الساخن، و ذلك قبل وبعد إجراء المعالجة بأشعة الليزر على المادة المختبرة.

جدول رقم (٢): قيم القساوة الميكروية و إجهاد الانحناء قبل و بعد المعالجة بأشعة الليزر.

المادة السيراميكية Si_3N_4	إجهاد الانحناء σ_b, [MPa]	القساوة الميكروية Hv, [MPa]
قبل المعالجة بالليزر	370	11800
بعد المعالجة بالليزر	270	9300

لقد أظهرت النتائج أنه تنشأ هشاشة لسطح العينات المعالجة بالليزر، و تناقص في قيم إجهاد الانحناء σ_b كما هو مبين في الشكل (2,a) و الذي يعطي صورة عن علاقة إجهاد الانحناء بعمق الطبقة المعالجة و التي تصل إلى 70 µm. إن سبب نقصان إجهاد الانحناء بعد المعالجة بأشعة الليزر يعود إلى احتمال تكون شقوق ميكروية Micro-Crack نائجة عن تأثير الصدم الحراري [5]. كما هو مبرهن من خلال تحليل البنية البلورية للمعدن كما في الشكل (2-a).

كما أجريت اختبارات مقارنة على القساوة الميكروية في الطبقة الملاصقة تماما" للسطح المعالج مع المادة الأساسية المصنعة بالطرق التقليدية، حيث أظهرت نتائج البحث إلى وجود ثبات أو استقرار في قيم القساوة الميكروية على كامل السطح، كما هو مبين في الجدول (٢). حيث أن النتائج الموضحة في الجدول (٢) تشير إلى انخفاض في قيم القساوة الميكروية في هذه الطبقة مقارنة مع المادة الأساسية قبل المعالجة بأشعة الليزر. و على هذا الأساس يمكن استخلاص النتيجة التالية و هي انه في هذه الحالة قد حصل انخفاض في قوى الارتباط بين حبيبات المادة، حيث أنه عند الحصول على الحبيبات بطريقة الطحن لم تكن الظروف كافية من أجل عملية التلبيد الحراري و بالتالي يكون التماسك بين هذه الحبيبات ضعيفا" عما هو عليه بعد عملية التلبيد الحراري Sintering أو عند التشكيل بالكبس على الساخن. كذلك قياس القساوة الميكروية يشير إلى وجود اجهادات متبقية على سطح المادة السيراميكية بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر، كما هو مبين في الشكل (2,b) و الذي يوضح بقاء قيمة القساوة الميكروية ثابتة تقريبا" حتى عمق 70 µm عن السطح، و لكن تنخفض قيمة القساوة الميكروية و بشكل خطي عند الاقتراب من السطح لتصبح قيمتها 14600 MPa على عمق 10 µm، و هذا يمكن شرحه بوجود تغير في تركيب البنية الميكروية للطبقة، و تتناقص القساوة الميكروية عند الابتعاد كثيرا" عن السطح المعالج نتيجة وقوعها تحت تأثير اجهادات شد متبقية.



a) علاقة إجهاد الانحناء بسماكة الطبقة المعالجة

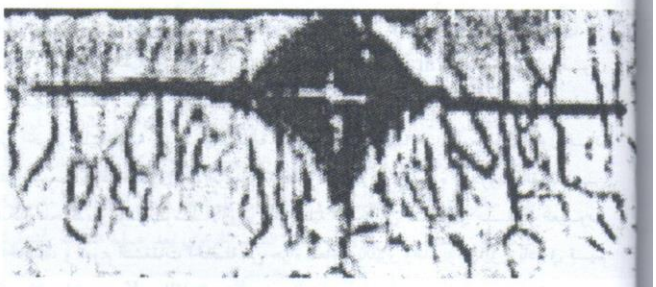
b) علاقة القساوة السطحية بالمسافة عن السطح المعالج

تؤثر المعالجة بأشعة الليزر على مقاومة التشققات في المادة السيراميكية Si_3N_4 ويتم تقييم هذا التأثير بدراسة معامل تركيز الإجهادات Stress Intensity Factor (K_{1c}) عند لحظة ظهور التشققات، و الذي يصف قدرة مقاومة المادة للانهيار عند وجود تشققات أو عيوب في البنية على شكل شقوق ميكروية بحيث يمكن قياس طول الشق بواسطة المجهر الضوئي و كذلك يمكن تحديد الإجهاد الحدي المسموح به حيث يتعلق معامل تركيز الإجهادات بالمسامية البدائية Initial Porosity و بالتركيب الكيميائي للمادة Chemical Composition و طريقة الحصول على المادة السيراميكية Si_3N_4، فمع زيادة المسامية يتناقص معامل تركيز الإجهادات وكذلك كثافة المادة مما يؤدي إلى ظهور ميول في زيادة المتانة Toughness و المرونة Elasticity بآن واحد بسبب انتشار الشقوق في المادة السيراميكية عن طريق اتحاد أو التحام المسامات الميكروية. إن زيادة K_{1c} مرتبط بزيادة قوى التحطم أو الانهيار و ليس بالعمل المؤدي إلى الانفعال اللدن Plastic Deformation عند قمم التشققات. حيث يوضع خط الشق عموديا" على اتجاه اجهادات الشد المؤثرة بشكل مباشر على المتانة حيث يصل طول هذا الشق إلى 15μm عند السطح، أما الشقوق الموجودة بشكل مواز لاتجاه اجهادات الشد فيصل طولها إلى 20 μm. يتشكل النوع الأول من الشقوق على بعد حوالي 50 μm من طرف العينة و باتجاه حركة شعاع الحزمة الليزرية.

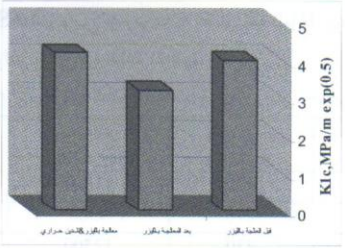
يوضح الشكل (3) بداية تشكل الشقوق أثناء عملية قياس القساوة الميكروية التحطيمية بينما يبين الشكل (4)عملية انتشار هذه التشققات عند زيادة أي حمل على عتلة جهاز مقياس القساوة الميكروية.

الشكل (5) يبين هيستوغرام قيم معامل تركيز الإجهادات و ذلك في ثلاث حالات هي: قبل المعالجة بأشعة الليزر، بعد المعالجة بأشعة الليزر و بعد المعالجة بأشعة الليزر مع عملية التلدين Annealing، حيث يلاحظ تناقص في قيمة معامل تركيز الإجهادات Stress Intensity Factor بعد المعالجة بأشعة الليزر، و هذا ما يؤكد انهيار الارتباط بين حبيبات أو جزيئات المادة السيراميكية Si_3N_4 بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر و الذي يساعد على انتشار التشققات عند أي تحميل كما هو موضح في الشكل (4).

الشكل (3) بداية ظهور التشققات أثناء قياس القساوة الميكروية X400



الشكل (4) انتشار التشققات و الانفيار X400



الشكل (5) هيستوغرام يبين قيم معامل تركيز الإجهادات

تأثير عملية التلدين على الخواص الميكانيكية

إن تراجع الخواص الميكانيكية لنتريد السيلكون بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر متعلق بشكل أساسي بالتشققات الميكروية Micro – crack و اختلال الروابط بين حبيبات المادة، لذلك من الضروري القيام بعملية التلدين Annealing للمادة السيراميكية بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر عند درجات حرارة تسمح بتشكل الطور السائل Liquid Phase على حدود الحبيبات. حيث تؤدي عملية التلدين مع تشكل الطور السائل إلى عملية تلبيد حراري ذات طور سائل Liquid Phase Sintering تسمح بتنعيم الحبيبات و تعويم قمم التشققات الميكروية التي تكون عبارة عن مراكز لتركيز الإجهادات.

أجريت عملية التلدين الحراري عند درجات حرارة عالية نسبيا" (1400 ± 20 °C) في جو من الآزوت و زمن الإبقاء الحراري (2h). إن تلك العوامل Parameters تسمح بزيادة قوى الترابط بين الحبيبات بشكل جيد من دون نموها و ازدياد حجمها. و يبين الجدول (٣) تأثير عملية التلدين على الخواص الميكانيكية بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر، و كما هو واضح من الجدول فإن عملية التلدين تسمح بزيادة مستوى الخواص الميكانيكية، حيث تزداد القساوة الميكروية بالقرب من السطح بشكل ملحوظ، و يؤدي الوسط الآزوتي عند عملية التلدين إلى تغيير في صفات العيوب السطحية الحاصلة، و تعويم التشققات الحاصلة من جراء المعالجة بالليزر وهذا يؤدي إلى زيادة في قيم معامل تركيز الإجهادات K_{1c} بالمقارنة مع العينات المعالجة بأشعة الليزر و لم تخضع لعملية التلبيد الحراري. أي أن اقتران عملية المعالجة بأشعة الليزر مع عملية التلدين الحراري Annealing عند درجات حرارة عالية يؤدي إلى تلدين الطبقة الهشة Brittle ذات التشوهات و العيوب السطحية Surface Defects لذلك نوصي بإجراء عملية التلدين بعد المعالجة بالليزر للمواد السيراميكية للحفاظ على مستوى الخواص الميكانيكية للمادة المختبرة.

جدول رقم(٣): تأثير عملية التلدين بعد المعالجة بالليزر على الخواص الميكانيكية.

الخواص الميكانيكية	القساوة الميكروية Hv, MPa	إجهاد الانحناء σ_b, MPa	معامل تركيز الإجهادات K_{1c}, MPa.m$^{1/2}$
قبل المعالجة بالليزر	11800	370	4.0
بعد المعالجة بالليزر	9300	270	3.2
معالجة بالليزر + تلدين	12500	430	4.2

الخلاصة :

من النتائج السابقة يمكن استخلاص النقاط التالية:

١. تتغير بنية المادة السيراميكية Si_3N_4 عند معالجتها بالليزر، و بالفحص المجهري قد أمكن تقسيمها إلى ثلاث مناطق و هي: أ- بنية منصهرة لا بلورية، ب – سيلكون بلوري، ج – الطور β - Si_3N_4.

٢. يؤدي تغير بنية الطبقات السطحية إلى انخفاض في الخواص الميكانيكية بعد المعالجة بأشعة الليزر و خاصة إجهاد الانحناء و القساوة الميكروية.

٣. تؤدي المعالجة بأشعة الليزر إلى تناقص في قيم معامل تركيز الإجهادات K_{1c} و ذلك بسبب انتشار التشققات الميكروية و التحامها مع بعضها البعض و كذلك اختلال الروابط بين حبيبات المادة.

٤. عملية التلدين الحراري للمادة السيراميكية بعد المعالجة بأشعة الليزر تحسن الخواص الميكانيكية المختلفة مثل القساوة الميكروية و إجهاد الانحناء و معامل تركيز الإجهادات و ذلك لتكون طور سائل على حدود الحبيبات و هذا يؤدي إلى صغر حجم الحبيبات و ملئ التشققات الميكروية. و عليه نوصي بإجراء عملية التلبيد الحراري بعد عملية المعالجة بأشعة الليزر للمواد السيراميكية المصنعة بطريقة ميتالورجيا المساحيق.