Iranian Journal of Polymer Science and Technology Vol. 27, No. 2, 151-160 June - July 2014 ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883

# **Evaluation of High Temperature Composites Thermal Properties under Different Heat Flux Conditions**

#### Ahmad Reza Bahramian\* and Azadeh Seifi

Polymer Engineering Department, Faculty of Chemical Engineering, Tarbiat Modares University, P.O. Box: 14115-114, Tehran, Iran

Received 27 August 2013, accepted 12 March 2014

# **ABSTRACT**

The thermal protection of structures in vehicles, at instantaneous high thermal shocks, would be more effective and economically feasible among other thermal protection methods using the passive heat shields especially charring the ablative composites. The most important limitations reported are lack of compiled knowledge on designing heat shield with optimal thickness under real conditions and high surface erosion rate and low mechanical strength of char layer of a composite created by ablation process. In this paper SiAlON ceramic composites, reinforced with short carbon fiber, are identified as high performance heat shields for challenging these limitations. Ablation rate and effective thermal diffusivity at different external heat fluxes are determined and calculated using oxyacetylene flame test and modeling of temperature distributions in ablation process for evaluation of thermal protection performance and effective thermal diffusivity of this composite, as a thermal protection system. The results of this work have indicated that the carbon fiber reinforced SiAlON ceramic composite can be considered as a high ablation heat shield. Under the same condition of ablation test, SiAION ceramic composites reinforced by carbon fiber show higher ablation performance relative to other commercial carbon fiber reinforced composite heat shields. At 8500 and 5000 kWm<sup>-2</sup> external heat flux the ablation rates of this composite are 0.075 and 0.026 mms<sup>-1</sup>, respectively. Also, at 2500 kWm<sup>-2</sup> external heat flux and test duration time of less than 25 s, this composite displays an adequate thermal shock protection with maximum flexural strength loss of about 23.4 %.

(\*)To whom correspondence should be addressed. E-mail: abahramian@modares.ac.ir

#### Keywords:

thermal protection, carbon fiber reinforced ceramic composite, ablation, thermal properties, modeling

قابل دسترس در نشانی: http://jips.ippi.ac.ir

# ارزیابی خواص گرمایی کامپوزیتهای مقاوم به دمای زیاد در شرایط شار گرمایی مختلف

احمد رضا بهرامیان\*، آزاده سیفی

تهران، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده مهندسی شیمی، گروه مهندسی پلیمر، صندوق پستی۱۴۱۱–۱۴۱۱۵

دریافت: ۹۲/۶/۵، یذیرش: ۹۲/۱۲/۲۱

مجله علوم و تکنولوژی پلیمر، سال بیست و هفتم، شماره ۲، صفحه ۱۶۰–۱۵۱، ۱۳۹۳ ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883

چکيده

# برای حفاظت از سازهها در شرایط شوکهای گرمایی ناگهانی، استفاده از عایقهای گرمایی غیرفعال، بهویژه کامپوزیتهای فداشونده زغالگذار نسبت به سایر روشهای حفاظت گرمایی مؤثرتر و بهصرفهتر است. افزون بر مدوننبودن دانش طراحی عایق گرمایی با ضخامت بهینه در شرايط واقعی، مهمترين محدوديتهای گزارش شده درباره اين عايقهای فداشونده سرعت نسبتاً زیاد خوردگی ناشی از جریان گاز داغ و کمبودن مقاومت مکانیکی زغال تشکیل شده حاصل از فرايند فداشدن است. در اين پژوهش، كاميوزيت سراميكي سيالون (SiAlON) تقويت شده با الياف کربن به عنوان نمونه ای از سپرهای گرمایی مقاوم به دمای زیاد با هدف غلبه بر محدودیت های مزبور ارائه شده است. ارزیابی کارایی حفاظت گرمایی این سامانه کامیوزیتی با تعیین کمی سرعت فداشوندگی و نفوذ گرمایی مؤثر در شرایط شارهای گرمایی مختلف اعمال شده به کمک آزمون شعله اکسی استیلن و مدلسازی فرایند فداشدن انجام شد. طبق نتایج این پژوهش، کامیوزیت مزبور بهعنوان سير گرمايي فداشونده دمازياد و کارآمد پيشنهاد شده است. زيرا نسبت به کاميوزيتهاي مشابه در شرایط یکسان آزمونهای فداشوندگی، کامپوزیت سرامیکی سیالون تقویت شده با الیاف کربن کارایی بیشتری نشان میدهد. در شارهای گرمایی ۸۵۰۰ و ۵۰۰۰ kW/m<sup>2</sup> سرعت خوردگی (فداشوندگی) این کامیوزیت به ترتیب برابر با ۰/۰۷۵ و ۰/۰۲۶ mm/s است. همچنین، کامیوزیت مزبور در شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m² و در زمان اعمال شار کمتر از ۲۵ s، مقاومت در برابر شوک گرمایی خوبی نشان میدهد. بهطوری که بیشترین مقدار کاهش استحکام خمشی در این شرایط ./۲۳/۴ است.

واژههای کلیدی

حفاظت گرمایی، کامپوزیت سرامیک تقویت شده با الیاف کربن، فداشدن، خواص گرمایی، مدلسازی

\* مسئول مكاتبات، پيامنگار: abahramian@modares.ac.ir

#### مقدمه

امروزه رشد و پیشرفت نیروگاههای گرمایی، نیروگاههای اتمی، علوم و فناوری هوایی و صنایع هوافضا مستلزم یافتن روشهای جدید حفاظت گرمایی سازهها در دماهای بسیار زیاد است. بهعنوان مثال، در زمینه علوم و فناوری هوایی زمانی که پرواز با سرعت فراصوت در ارتفاعات پایین در جو زمین انجام می شود، گرمای ایرودینامیکی (تابعی از توان سوم سرعت) زیادی ایجاد می شود. همچنین، در صنایع هوافضا بازگشت موفق سامانههای پرنده بازگشتکننده به جو زمین بستگی به حفاظت گرمایی سامانهها، با کاهش انتقال گرمایش ایرودینامیکی به سازه دارد. بنابراین یکی از چالشهای موجود، حفاظت گرمایی سامانههای مختلف در برابر گرمایش ایرودینامیکی است. به عنوان مثال، زمانی که فضاییمایی به جو زمین باز می گردد، دمای سطح آن ممکن است به حدود C°۴۰۰۰ برسد. همچنین احتراق سوخت موشک، دمایی بیش از ۳۰۰۰°C ایجاد میکند. چنین شرایط گرمایشی فراتر از تحمل نهایی مواد فلزی مانند فولاد، مس، بریلیم و آلیاژهای آنهاست [۱]. حفاظت گرمایی سازهها با کامپوزیتهای فداشونده بر پایه کربن، از انواع روشهای حفاظت گرمایی مؤثر در شرایط گرمایشی شدید است. اصول حفاظت گرمایی در این سپرها، تبدیل شار گرمایی به شار جرمی با فرایندهای گرماگیری مانند تصعید، ذوب و واکنش های تخریب گرمایی است که بخش عمدهای از گرمای ورودی را به محیط باز می گرداند و منجر به خوردگی سطح کامپوزیت می شود [۲،۳]. بیشتر مواد فداشونده که بهعنوان سپرهای گرمایی استفاده میشوند، کامپوزیتهایی هستند که در آنها از رزینهای آلی بهعنوان زمینه اولیه استفاده می شود. زمانی که این مواد گرما داده می شوند، رزین پیرولیز شده و محصولات گازیشکل (بیشتر هیدروکربنها) تولید میکنند. این محصولات پس از نفوذ از توده جامد به سمت لايه مرزى حركت ميكنند. همچنين، پيروليز رزين منجر به توليد زغال مي شود.

از محدودیتهای این مواد فداشونده، ضعیف بودن ساختار زغال ایجاد شده است که منجر به پسروی سریع تر سطح می شود. به عبارت دیگر با کاهش ضخامت، زمان عملکرد عایق کاهش می یابد. برای رفع این مشکل، پژوهشگران از پرکننده های مختلفی مانند نانوسیلیکاتهای لایهای [۷-۴]، الیاف شیشه، سیلیسیم اکسید و زیرکونیم اکسید [۸،۸] در تهیه کامپوزیت استفاده کردند. وجود پرکننده با ابعاد کوچک تر از ۱۰۰ nm نانوکامپوزیت ها در مقایسه با کامپوزیتهای معمولی می شود [۰۱،۴] کامپوزیتهای بر پایه تقویتکنندگی الیاف کربن و ماتریس

کامپوزیتهای بر پایه معویتکنندگی الیاف کربن و مانریس کربن به واسطه خواص عالی مانند استحکام زیاد در دماهای زیاد،

رسانندگی گرمایی زیاد، ضریب انبساط گرمایی کم و مقاومت در برابر شوک گرمایی توجه بسیاری را به خود جلب کردهاند. با وجود این، مقاومت ضعیف مواد مزبور در برابر اکسایش (در دمای بیش از ۵۰۰°C) کاربرد آنها را در دمای زیاد محدود می سازد [۱۱]. از روشهای افزایش مقاومت به اکسایش، جایگزینی ماتریس کربن با سرامیکهاست که منجر به تولید کامپوزیتهای مقاوم به دماهای بسیار زیاد (UHTC) می شود. به طور کلی، ویژگی های لازم برای این کامیوزیتها، قابلیت تحمل دماهای زیاد در محدوده C°۲۲۰۰ و استحکام زیاد در محدوده دمایی مزبور، چقرمگی زیاد، وزن سبک و پایداری در شرایط کاربری است. در شکل ۱ استحکام ویژه (استحکام تقسیم بر چگالی) مواد کامپوزیتی بر حسب دما رسم شده است. همان طور که در این شکل دیده میشود، هدف دستیابی به استحکام ویژه زیاد در دماهای زیاد است که با افزایش استحکام و کاهش چگالی بهدست می آید. كامپوزيتهاي پايه فلزي (مانند ابرآلياژها، تيتانيم يا كامپوزيتهايي که دارای ماتریس فلزی هستند) اگرچه استحکام ویژه زیادی دارند، اما با افزایش دما تا C°۱۱۰۰، استحکام آنها بهشدت کاهش مىيابد. بنابراين، كامپوزيتهاى پايەسرامىكى بر پايە تقويتكنندگى الیاف کربن و ماتریس سیلیکون و کامیوزیت های پیشرفته (ACC) C/C انتخاب مناسبی برای رسیدن به این هدف هستند [۱۲،۱۳].

از میان مواد سیلیکونی، سیلیکون نیترید و سرامیکهای اکسیدی – نیتریدی در ۵۰ سال گذشته به دلیل خواص عالی مانند استحکام زیاد، مقاومت سایشی مطلوب، دمای تخریب زیاد، مقاومت در برابر اکسایش، مقاومت به شوک گرمایی، ضریب سایش کم و مقاومت در محیطهای خورنده در کاربردهای مهندسی دما زیاد بسیار مورد توجه قرار گرفتهاند. در اوایل سال ۱۹۷۰، Uyama و Jack بهطور مجزا



شکل ۱- استحکام ویژه مواد کامپوزیتی در برابر دما [۱۳].

ارزیابی خواص گرمایی کامپوزیتهای مقاوم به دمای زیاد در شرایط شار گرمایی مختلف

احمدرضا بہرامیان، آزادہ سیفی

$$\zeta = \frac{y - s(t)}{L_{\circ} - s(t)} \tag{(7)}$$

در این معادله، (t) موقعیت مکانی سطح فداشونده و  $L_0$  ضخامت اولیه است. سطح پسرونده ناحیه تخریب گرمایی  $(t)_s(t)$  با توجه به مقدار گازهای خروجی و تغییر چگالی نمونه در خلال فرایند فداشدن محاسبه می شود. بنابراین، (t) با در نظر گرفتن بازده زغال گذاری  $(\Phi)$ محاسبه می شود:

$$s_2(t) = \int_0^{\tau} \frac{m_g^2}{\Delta \rho} dt \tag{(f)}$$

$$s(t) = s_2(t) + \Phi(L_0 - s_2(t))$$
 ( $\Delta$ )

نتایج معادله ارائه شده برای مدلسازی فرایند فداشدن به شدت متأثر از پارامترهای سینتیک تخریب گرمایی و تغییرات خواص گرمایی – فیزیکی است. این پارامترها به تنهایی نمی توانند سازوکار فداشدن را توجیه کنند، بنابراین برای تعیین سازوکار فرایند فداشدن و تخمین ضریب نفوذ گرمایی مؤثر سپرهای گرمایی فداشونده، تعاریف زیر در معادله حاکم بر فرایند فداشدن، وارد شده و معادله به روش حل معکوس تحلیل می شود:

$$\frac{d}{dt} = \frac{\partial}{\partial t} + v_s \frac{\partial}{\partial y}$$

$$K = \text{constant}$$

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{d\rho}{dT} \cdot \frac{dT}{dt}$$
(\$\varphi\$)

با ترکیب معادلههای (۲) و (۶) داریم:  

$$\left(\rho C_{p} + \Delta H_{p} \frac{d\rho}{dT}\right) \frac{\partial T}{\partial t} + \left[C_{pg} \dot{m}_{g} + v_{s} \left(\rho C_{p} + \Delta H_{p} \frac{d\rho}{dT}\right)\right] \frac{\partial T}{\partial y} = K \frac{\partial^{2} T}{\partial y^{2}} \quad (V)$$
بنابراین، می توان ضرایب جدید زیر را تعریف کرد:

$$\frac{1}{\alpha_{\rm eff}} \frac{\partial T}{\partial t} + \frac{Bi}{s(t)} \frac{\partial T}{\partial y} = \frac{\partial^2 T}{\partial y^2}$$
(9)

گزارش کردند که <sup>s+</sup>A می تواند وارد شبکه بلوری سیلیکون نیترید و جایگزین <sup>s+ik</sup> شود. اگر در این شرایط، <sup>s-ik</sup> با <sup>c+</sup>O جایگزین شود، ساختار بلوری بدون تغییر باقی می ماند. این ماده جدید β-SiAION نامیده شد. طبق واکنش (۱)، ساختار جامد بلوری β-SiAION از ساختار فاز بتای سیلیکون نیترید قابل دستیابی است [۶۱–۱۴]:

$$(2 - z/3)\beta - Si_{3}N_{4} + (z/3)AIN + (z/3)AI_{2}O_{3} \rightarrow \beta - Si_{6-z}AI_{z}O_{z}N_{8-z} \quad (1)$$

هدف از پژوهش حاضر، معرفی سامانه جدید کامپوزیت فداشونده بر پایه سرامیک β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن بهعنوان سپر گرمایی کارآمد در شرایط گرمایشی شدید است. افزون بر این، عملکرد سامانه مزبور با بررسی اثر شارهای گرمایی مختلف در شرایط آزمایشگاهی بر رفتار گرمایی، شوکپذیری و فداشوندگی ارزیابی شده است.

## مدلسازي فرايند فداشدن

مدلسازی فرایند فداشدن برای بررسی پارامترهای مؤثر و پیشبینی تغییرات دما در ضخامت و تعیین ضخامت مورد نیاز عایق در شرایط شارهای گرمایی مختلف انجام می شود. فداشدن، فرایندی گذراست و تخریب گرمایی از سطح به سمت توده در حرکت است. بنابراین، عایق فداشونده به سه ناحیه دست نخورده، تخریب گرمایی و زغال تقسیم می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]: می شود. فرضیات زیر را می توان در فرایند فداشدن درنظر گرفت [۴]:

- سطح حجم کنترل نسبت به تغییرات ارتفاع ثابت فرض میشود. با درنظرگرفتن فرضیات مزبور، معادله موازنه جرم و انرژی حاکم بر فرایند فداشدن به شکل معادله (۲) نوشته میشود [۴،۱۷]:

$$DC_{p}\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial y} \left( K \frac{\partial T}{\partial y} \right) + m_{g}^{\bullet} \frac{\partial h_{g}}{\partial y} + \Delta H_{p} \frac{\partial \rho}{\partial t}$$
(Y)

در این معادله K، C<sub>p</sub>، K، وm<sup>4</sup> و M<sup>4</sup> و σH<sub>p</sub> و ΔH<sub>p</sub> و گرمایی، ظرفیت گرمایی ویژه، رسانندگی گرمایی، مقدار گازها و گرمای ناشی از تخریب گرمایی هستند. با حل این معادله، توزیع دما در ضخامت عایق فداشونده در زمانهای مشخص بهدست میآید و پیشبینی ضخامت مناسب در شار گرمایی مدنظر امکانپذیر می شود. برای حل این معادله، باید پسروی سطح با تبدیل زیر حذف شود:

#### احمدرضا بهرامیان، آزاده سیفی

این معادله شکل تغییر یافته معادله (۲) است. هدف از بازنویسی مزبور این است که با داشتن دو توزیع دمای تجربی (دمای سطح و توزیع دما در فاصله ۳mm از سطح نمونه در شار گرمایی دیواره سرد مشخص) بتوان ضریب نفوذ گرمای مؤثر را بهدست آورده و سازوکار فداشدن را معین کرد.

# تجربى

#### مواد

رزین فنولی نووالاک (IP-502) نوع مقاوم گرمایی محصول شرکت رزیتان به عنوان حامل پلیمری استفاده شد. الیاف کوتاه کربن (T700) محصول شرکت Torieka ژاپن با طول حدود ۳۰ به عنوان تقویت کننده استفاده شد. نانوپودر β-SiAION تهیه شده توسط گروه پژوهشی بهرامیان و همکاران [۱۸] به عنوان ماتریس سرامیکی در ساخت کامپوزیت سیالون تقویت شده با الیاف کربن به کار گرفته شد.

## دستگادها و روشها

#### تهيه نمونهها

برای تهیه مخلوط اولیه، g ۲۰ پودر نووالاک و  $g \cdot F \cdot g$  پودر سیالون به در دمای محیط به مدت h مخلوط شد. سپس،  $g \cdot F \cdot g$  پودر سیالون به آن اضافه و به مدت h دیگر مخلوط شد. در این شرایط، پودر نووالاک در حلال ۲ – پروپانول حل و پودر سیالون به طور همگن در مخلوط یکنواخت شد. برای تهیه خمیر پیش محصول، g ۴۰ الیاف کوتاه کربن به مخلوط مرحله قبل اضافه شده و تا دستیابی به مخلوط یکنواخت با دست همزده شد. سپس، این مخلوط در دمای  $2^{\circ} \cdot \Lambda$  به مدت min خشک شد. درنهایت، خمیر تهیه شده در قالب و زیر پرس در دمای  $2^{\circ} \cdot \Lambda$  به مدت h یخت شد. برای

جلوگیری از چسبندگی قطعه با قالب، تمام سطوح قالب که با قطعه در تماس است، با موم سیلیکونی پوشش داده شد. برای پیرولیز کامپوزیت، نمونهها در دمای ۲۰۰۰° بهمدت ۱ ۱ و ۲۰۰۰° بهمدت h در محیط نیتروژن عمل آوری گرمایی شدند.

# آزمون ميكروسكوپي الكتروني

برای شکلشناسی و بررسی فازی نمونهها، تصاویر میکروسکوپ الکترونی (SEM) از نمونهها تهیه شد. این آزمون با استفاده از میکروسکوپ Can Scan FE ساخت هلند انجام شد.

# اندازه گیری ضریب رسانندگی گرمایی

ضریب رسانندگی گرمایی در امتداد ضخامت نمونه براساس مقایسه با ماده مرجع با ضریب رسانندگی گرمایی مشخص در حالت پایدار و مطابق با استاندارد ASTM E 1225-87 اندازهگیری شد. برای این آزمون نمونههایی با قطر ۳۰ mm و ضخامت ۴ mm ۲ تهیه شدند.

#### اندازه گیری ظرفیت گرمایی ویژه

ظرفیت گرمایی ویژه با استفاده از گرماسنجی پویشی تفاضلی (DSC) مطابق استاندارد ASTM E 1265 بهکمک گرماسنج مدل Polymer Laboratories 625 اندازه گیری شد.

#### آزمون شعله اكسى استيلن

آزمون شعله اکسی استیلن برای ارزیابی رفتار گرمایی و کارایی فداشوندگی عایق های فداشونده بر اساس استاندارد ASTM E 285-80 انجام شد. سامانه آزمون شعله اکسی استیلن دانشگاه تربیت مدرس، قابلیت اندازه گیری شار گرمایی را از ۲۰۰۰ kW/m<sup>2</sup> تا ۲۰۰۰ kW/m<sup>2</sup> با شارسنج مدل TG1000-1Thermogage ساخت شرکت Sequoior انگلستان دارد. همچنین در این سامانه، دمای سطح نمونه حین آزمون



شکل ۲- اندازه گیری پسروی سطح: (الف) پیش، (ب) حین و (ج) پس از آزمون شعله اکسیاستیلن.

احمدرضا بہرامیان، آزادہ سیفی

با پیرومتر دوطیفی Digital bi-colour ساخت شرکت Raytek آلمان با قابلیت اندازه گیری دمای سطح از ۲۰۰۰۶ تا ۲۰۰۰۶، معین شد.

براساس استاندارد ASTM E 285-80، با انتخاب مقادیر استوکیومتری اکسیژن و استیلن برای ایجاد شعله، دمای گاز به حدود ۳۴۰۰ K میرسد (فشار اکسیژن و استیلن معادل atm ۱ و نسبت جریان اکسیژن به استیلن معادل ۱/۲ است).

برای اندازه گیری مقدار پسروی سطح یا سرعت فداشدن در



(الف)



شکل ۳- نمایی از اعمال شار گرمایی روی: (الف) مرکز نمونهها و (ب) آزمون خمش سهنقطهای.

شرایط آزمون شعله اکسی استیلن، نمونه های آزمون به شکل استوانه به قطر ۲ و ارتفاع ۲/۵ cm تهیه شده و مطابق شکل ۲ مورد آزمون قرار گرفتند. سرعت فداشدن بر حسب mm/s از نسبت تغییر جرم نمونه به چگالی در سطح مقطع آن در زمان آزمون محاسبه شد. در این آزمون، برای اندازه گیری توزیع دما در ضخامت نمونه، ترمو کوپل نیکل – کروم نوع K در فاصله ۳ ۳ از سطح در نمونه قرار داده شد (ترمو کوپل در سوراخی به قطر ۲ ۱ در نمونه تثبیت شد).

### آزمون استحكام خمشي و شوك گرمايي

آزمون استحکام خمشی سهنقطهای براساس استاندارد ASTM D 7264 انجام انجام شد. نمونههای آزمون در این استاندارد دارای ضخامت ۴ mm عرض ۳m و طول ٪۲۰۰ بیشتر از پایههای بست آزمون خمش سهنقطهای هستند (نسبت طول به ضخامت از ۱۶ تا ۳۲ می تواند متغیر باشد). در این پژوهش، با توجه به محدودیت بست آزمون، طول نمونه معادل ۳m ۷۰ انتخاب شد. آزمون شوک گرمایی روی نمونههای استحکام خمشی و با استفاده از شعله اکسی استیلن به شرح زیر انجام شد:

مرکز نمونه ها در معرض شعله اکسی استیلن با شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> به مدت ۵، ۱۰ ۵۱، ۲۰ و ۲۵ قرار گرفت. سپس، نمونه ها بلافاصله در آب سرد به مدت ۶ ۶۰ قرار گرفتند و کاملاً خنک شدند. مقدار کاهش استحکام خمشی نمونه های مزبور به عنوان شاخصی از شوک پذیری گرمایی مطالعه و ارزیابی شد. شکل ۳ نمایی از اعمال شار گرمایی روی مرکز نمونه ها (۳–الف) و آزمون خمش سه نقطه ای (۳– ب) را نشان می دهد.

## نتايج و بحث

در جدول ۱ خواص گرمایی – فیزیکی کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن تهیه شده در این پژوهش برای مطالعه و بررسی خواص گرمایی و فداشوندگی آمده است. در شکل ۴ تغییرات سرعت فداشدن با شار گرمایی در مدت زمانهای مختلف آزمون شعله نشان داده شده است. همانطور که دیده می شود، با افزایش شار گرمایی سرعت فداشدن افزایش می یابد. در شارهای گرمایی زیاد، با افزایش مدت زمان آزمون نیز سرعت فداشدن افزایش می یابد. در حالی که انتظار می رود، سرعت فداشدن مستقل از زمان باشد، ولی در ارزیابی های تجربی، با افزایش زمان اعمال شار گرمایی، خوردگی مکانیکی سطح زغال ناشی از برخورد گاز داغ به سطح

جدول ۱- خواص گرمایی – فیزیکی کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن.

مقدار	روش آزمون	خواص
181.	ASTM D-4018	چگالی (kg/m³)
۲۳	ASTM D-4018	تخلخل (٪)
•/19	ASTM E-1225-87	ضریب رسانندگی گرمایی(W/mK)
041	ASTM D-1269	ظرفیت گرمایی ویژه در J/kgK) ۳۰۰ (J/kgK)
904	ASTM D-1269	ظرفیت گرمایی ویژه در J/kgK) (۱۰۰ (J/kgK)
•/•٨٢	ASTM E-285-80	سرعت خوردگی گرمایی، فداشدن، در شار
		گرمایی ۰۰kW/m² ۸۵۰۰ (mm/s)
739.	ASTM E-285-80	دمای تعادلی سطح نمونه در شار گرمایی
		(K) ヘΔ・・ kW/m <sup>2</sup>

افزایش مییابد [۵]. معمولاً این پدیده در مدلسازیهای نظری کمتر درنظر گرفته میشود.

با توجه به شکل ۴، در شار گرمایی ۸۵۰۰ و ۵۰۰۰ kW/m<sup>2</sup> و زمان s ۲۰ آزمون، سرعت خوردگی (فداشوندگی) کامپوزیت مدنظر به ترتیب برابر با ۲۰۷۵ و ۰/۰۷۵ است. این در حالی است که سرعت فداشوندگی در شار گرمایی ۸۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> برای کامپوزیت آزبست – فنولی [ ۵]، کربن – فنولی و کربن – فنولی – کائولینیت [ ۱۹] به ترتیب معادل ۱/۰، ۹۳/۰ و ۸/۰۰۴ mm/s است.

در جدول ۲ دمای سطح نمونه کامپوزیتی در شارهای گرمایی مختلف آمده است. این دادهها در اندازه گیریهای مستقیم طی آزمون شعله اکسیاستیلن با استفاده از شارسنج گرمایی و پیرومتر بهدست آمده است. همان طور که مشاهده می شود، با افزایش شار گرمایی (در



شکل ۴- مقدار خوردگی گرمایی (فداشدن) کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن در آزمون شعله اکسیاستیلن.

جدول ۲- تغییرات دمای سطح با شار گرمایی.

دمای سطح نمونه (K)	شار گرمایی (kW/m²)
۱۳۸۰	۲۵۰۰
120.	00 • •
736.	<u>۸۵۰۰</u>
747.	1 • • • •

نسبت استوکیومتری اکسیژن به استیلن ۱/۲) دمای سطح تا حدود ۲۴۰۰ K افزایش مییابد.

در شکل ۵ نمونه کامپوزیت β-SiAlON تقویت شده با الیاف کربن پس از آزمون شعله اکسیاستیلن در شار گرمایی ۸۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> و مدت زمان ۳۰ و ۲۰ نشان داده شده است.

در شکل ۶ توزیع دما در ضخامت نمونه به فاصله mm ۳ از سطح اعمال شعله رسم شده است. دادههای این منحنیها طی آزمون شعله، با ترموکوپل نوع K نصب شده در نمونه بهدست آمده است. طبق قانون فوریه، گرادیان دما (ΔT) با شار گرمایی خارجی(Q) رابطه مستقیم دارد [۵]. بنابراین بدیهی است، با افزایش شار گرمایی خارجی روی سطح نمونه سرعت افزایش دما در عمق mm ۳ افزایش مییابد.

با استفاده از این منحنی ها و دمای روی سطح نمونه در شارهای گرمایی مختلف (جدول ۲) به عنوان شرط مرزی، معادله (۹) به روش معکوس حل شده است. به طوری که با داشتن دو توزیع دما در ضخامت نمونه، شار گرمایی دیواره سرد و شرط اولیه دمای محیط، نفوذ گرمای مؤثر محاسبه شده است.

نتایج این تحلیل، یعنی تغییرات نفوذ گرمای مؤثر نمونهها در شارهای گرمایی مختلف در شکل ۷ نشان داده شده است. در این نمودارها در شار گرمایی ۸۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> نفوذ گرما بلافاصله افزایش مییابد. در شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m<sup>2</sup>، نفوذ گرما ابتدا ثابت میماند و سپس بهآرامی افزایش مییابد. در مدل ارائه شده در این پژوهش، تمام



شکل ۵- نمونه کامپوزیت β-SiAlON تقویت شده با الیاف کربن در آزمون شعله اکسیاستیلن و فداشدن.



شکل ۶- توزیع دما در ضخامت کامپوزیت β-SiAlON تقویت شده با الیاف کربن به فاصله mm از سطح اعمال شعله.



احمدرضا بهرامیان، آزاده سیفر

شکل ۷- تغییرات نفوذ گرمای مؤثر کامپوزیت β-SiAlON تقویت شده با الیاف کربن.





(د)

شکل ۸- تصاویر SEM سطح بالایی، مقطع با فاصله: (الف) ۳ mm از سطح، (ب) mm ۵ از سطح نمونه و (ج) و (د) پس از آزمون شعله اکسی استیلن.

(ج)

#### احمدرضا بهرامیان، آزاده سیفی

فرایندها و خواص مؤثر بر رفتار فداشوندگی در معادلات (۸) و (۹) تعریف شدهاند. با افزایش شار گرمایی خارجی روی سطح عایق، سرعت گازهای ناشی از تخریب گرمایی و سرعت فداشدن (s(t) هر دو افزایش مییابد. افزایش مقدار گازهای ناشی از تخریب، خنکسازی تراوشی را به همراه دارد، ولی افزایش سرعت فداشدن باعث افزایش گرادیان دما در عمق عایق می شود. به طور کلی برایند اثر افزایش شار گرمایی خارجی روی سطح عایق، افزایش گرادیان دما در عمق عایق است.

در شکل ۸ تصاویر SEM سطح بالایی، مقطع با فاصله ۳ و ۵ mm از سطح نمونه و پس از آزمون شعله اکسیاستیلن در شار گرمایی ۸۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> نشان داده شده است. این تصاویر نشان میدهد، فاز مذاب ماتریس سرامیکی طی آزمون شعله تا فاصله ۳ mm از سطح تشکیل می شود. همچنین، ایجاد تخلخل روی سطح نمونه را در شارهای زیاد تأیید میکند.

شکل ۹ نتایج تجربی تغییرات ظرفیت گرمایی ویژه کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن را با دما نشان میدهد. در این نمودار مقدار ظرفیت گرمایی ویژه از ۵۴۰ J/kgK در ۲۰۰ K به ۹۵۴ J/kgK در ۸۲۰ K تغییر میکند.

کاهش استحکام خمشی نمونههای کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن در آزمون خمش سهنقطهای پس از اعمال شعله اکسی استیلن با شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> در مرکز نمونهها در زمانهای متفاوت در شکل ۱۰ نشان داده شده است. مقدار کاهش استحکام در این آزمون بهعنوان شاخصی از شوک پذیری گرمایی ارزیابی می شود. برای این کامپوزیت، استحکام خمشی سهنقطهای در دمای محیط و ۵ و ۱۰۶ از زمان آزمون شعله حدود MPa ۵۵ است. ولی با افزایش زمان اعمال شعله، استحکام خمشی تا حدود ۳MP کاهش می یابد. برای نمونه با ۲۵ زمان اعمال شعله، استحکام



شکل ۹- تغییرات ظرفیت گرمایی ویژه کامپوزیت β-SiAlON تقویت شده با الیاف کربن با دما.



شکل ۱۰ – کاهش استحکام خمشی نمونههای کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن در آزمون خمش سهنقطهای پس از اعمال شعله اکسیاستیلن.

خمشی کامپوزیت معادل ۳۳/۲ MPa است که نسبت به مقدار اولیه ۸.۲۳/۴ کاهش نشان میدهد. براساس استاندارد ASTM C1525 محشی شوکپذیری این نوع کامپوزیتها بر اساس کاهش استحکام خمشی پس از اعمال شار گرمایی یا شرایط گرمایی سخت تعریف میشود. بر این اساس کامپوزیتی که تحت تأثیر شار گرمایی خارجی، کمتر از ۲۰۰۳ کاهش استحکام خمشی پیدا کند، در شرایط مزبور شوکپذیر تعریف میشوند. بنابراین، شوکپذیری کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن تا زمان ۲۵ ۲۵ در شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> مطلوب ارزیابی میشود.

# نتيجه گيري

در پژوهش حاضر، کارایی حفاظت گرمایی کامپوزیت β-SiAION تقویت شده با الیاف کربن مطالعه و بررسی شد. طبق نتایج پژوهش حاضر، این کامپوزیت بهعنوان سپر گرمایی نوین کارآمد در شرایط شار گرمایی زیاد پیشنهاد میشود. با توجه به نتایج آزمونهای انجام شده، در شار گرمایی ۵۰۰۸ و ۵۰۰۰ KW/m<sup>2</sup> سرعت خوردگی (فداشوندگی) کامپوزیت مدنظر به ترتیب برابر با ۲۰۷۵ و ۸۵۰۰۶ است. است. این در حالی است که سرعت فداشوندگی در شار گرمایی فنولی – کائولینیت به ترتیب معادل ۱/۰، ۹۳۰/و ۸۵۰۰ است. فنولی – کائولینیت به ترتیب معادل ۱/۰، ۹۳۰/و ۲۵۶ است. در شار گرمایی ۲۵۰۰ kW/m<sup>2</sup> و در زمان اعمال شار کمتر از ۲۵ کامپوزیت مدنظر مقاومت در برابر شوک گرمایی خوبی نشان میدهد. مراجع

- Cui M.Z. and Wang W.H., Thermal Properties Study on the Ablation Materials of Inorganic Silicon Compound from Organosilicone in High Percent Conversion, *Chinese Sci. Bull.*, 52, 2048-2053, 2007.
- Vignoles G.L., Ablation of Carbon-based Materials: Multiscale Roughness Modeling, *Compos. Sci. Technol.*, 69, 1470-1477, 2009.
- Jahani Y., Ablative Materials or Ablative Insulations, *J. Polym. Sci. Technol.*, 3, 179-188, 1990.
- Bahramian A.R. and Kokabi M., Ablation Mechanism of Polymer Layered Silicate Nanocomposite Heat Shield, J. *Hazardous Mater.*, 166, 445-454, 2009.
- Bahramian A.R., Kokabi M., Beheshty M.H., and Famili M.H., High Temperature Ablation of Kaolinite Layered Silicate/ Phenolic Resin/Asbestos Cloth Nanocomposite, *J. Hazardous Mater.*, 150, 136-145, 2008.
- Bahramian A.R. and Kokabi M., Numerical and Experimental Evaluations of the Flammability and Pyrolysis of a Resolebased Nanocomposite by Cone Calorimeter, *Iran. Polym. J.*, 20, 399-411, 2011.
- Arabgol F., Kokabi M., and Bahramian A.R., Effect of Nanoclay on Mechanical Properties and Ablation Behavior of a Nitrile-based Heat Insulator, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, 6, 449-458, 2013.
- Pasbakhsh P., Zamani J., and Shokuhfar A., Part 1-I General Sessions-The Effect of Various Reinforcements on the Ablation, Thermal and Microstructural Properties of Phenolic Matrix Composites, *Key Eng. Mater.*, 334-335, 57-60, 2007.
- Zamani J., Shokouhfar A., and Pasbakhsh P., A Comparison between the Ablation, Thermal and Microstructural Properties of Resole Matrix Composites Reinforced with Various Reinforcements, *Modares Technical Eng.*, **32**, 47-57, 2008.
- 10. Bahramian A.R., Kokabi M., Beheshty M.H., and Famili M.H.,

Thermal Degradation Process of Resol Type Phenolic Matrix/ Kaolinite Layered Silicate Nanocomposite, *Iran. Polym. J.*, **16**, 375-387, 2007.

- Tang S., Ablation Behaviors of Ultra-high Temperature Ceramic Composites, *Mater. Sci. Eng.*, A., 465, 1-7, 2007.
- Glass D.E., Ceramic Matrix Composite (CMC) Thermal Protection Systems (TPS) and Hot Structures for Hypersonic Vehicles, 15th AIAA Space Planes and Hypersonic Systems and Technologies Conference, 2008.
- Bansal N.P., Handbook of Ceramic Composites, Springer, 2005.
- Liu X.L., Sun X.W, Zhang J.J., Pu X.P., Ge Q.M., and Huang L.P., Fabrication of β-SiAlON Powder from Kaolinite, *Mater. Res. Bull.*, 38, 1939-1948, 2003.
- Tatl Z., Demir A., Yılmaz R., Alıskan F.C., and Kurt A.O., Effects of Processing Parameters on the Production of β-SiAlON Powder from Kaolinite, *J. Eur. Ceramic Soc.*, 27, 743-747, 2007.
- Antsiferov V.N., Gilyov V.G., and Karmanov V.I, IR-Spectra and Phases Structure of SiAlONs, *Vib. Spectrosc.*, **30**, 169-173, 2002.
- Dimitrienko Y.I. and Dimitrienko I.D., Effect of Thermomechanical Erosion on Heterogeneous Combustion of Composite Materials in High-Speed Flows, *Combust. Flame*, 122, 211-226, 2000.
- Bahramian A.R. and Kokabi M., Carbonitriding Synthesis of β-SiAlON Nanopowder from Kaolinite–Polyacrylamide Precursor, *Appl. Clay Sci.*, **52**, 407-413, 2011.
- Bahramian A.R., Effect of External Heat Flux on the Thermal Diffusivity and Ablation Performance of Carbon Fiber Reinforced Novolac Resin Composite, *Iran. Polym. J.*, 22, 579-589, 2013.