

LABORATORIUM
z przedmiotu
NAUKA O PROCESACH CERAMICZNYCH
dla Studentów IV roku CERAMIKA

Oznaczenie odporności na nagłe zmiany temperatury

I WSTĘP TEORETYCZNY

Wstrząsami cieplnymi i skutkami, jakie wywołują one w materiałach ogniotrwałych zajmowano się od momentu, w którym podjęto próby świadomego kształtowania ich właściwości użytkowych. Rozważania nad wpływem gwałtownych zmian temperatury na materiały stałe rozpoczęła w 1838 r. praca Duhamela. Po niej powstało wiele opracowań dotyczących zarówno zagadnień teoretycznych, jak i eksperymentalnych związanych z wstrząsami cieplnymi w materiałach stałych.

Wstrząs cieplny, czyli gwałtowna zmiana temperatury, powoduje powstawanie w materiale naprężeń cieplnych. Jeżeli naprężenie takie przekroczy wartość krytyczną dla danego materiału, to spowoduje inicjację, a następnie propagację pęknięć, co w rezultacie doprowadzi do zniszczenia materiału.

Wśród naprężeń cieplnych wyróżnia się naprężenia pierwszego rodzaju, które powstają, gdy w krystalicznej strukturze materiału występuje anizotropia współczynników rozszerzalności cieplnej. W takim przypadku naprężenia tworzą się na granicy ziaren o różnych współczynnikach rozszerzalności cieplnej. Powstawaniu tego typu naprężeń sprzyjają przemiany polimorficzne związane ze zmianą objętości. Naprężenia drugiego rodzaju mają swoje źródło w nierównomiernym rozkładzie temperatury w materiale. Gradient temperatury w materiale może spowodować zarówno gwałtowną, jak i stopniową zmianę temperatury. Nieliniowy rozkład temperatury w materiale spowodowany jest jego małym przewodnictwem cieplnym. Przyczyną powstawania naprężeń cieplnych drugiego rodzaju jest wzajemne blokowanie swobodnego rozszerzania się i kurczenia obszarów o różnej temperaturze.

W latach pięćdziesiątych XX w. Kingery [6] wskazał na następujące czynniki wpływające na odporność materiału na wstrząsy cieplne: (1) wymiary i kształt próbki, (2) współczynnik przewodzenia ciepła, (3) współczynnik rozszerzalności cieplnej, (4) własności sprężyste, (5) wytrzymałość, (6) wzajemne ich zależności. Opracował on dwa równania pozwalające wyliczyć współczynniki odporności na wstrząsy cieplne, które określają potencjał inicjacji pęknięć w materiale narażonym na gwałtowną zmianę temperatury:

$$R = \frac{s(1 - \mu)}{E\alpha} \quad (1)$$

$$R' = \frac{ks(1 - \mu)}{E\alpha} \quad (2)$$

gdzie:

R – współczynnik odporności na wstrząsy cieplne odpowiadający ΔT , czyli różnicy temperatury

wstrząsu cieplnego, która jeszcze nie spowoduje zniszczenia próbki [K],

R' – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne [W/m],

s – wytrzymałość [Pa],

μ – współczynnik Poissona,

E – moduł Younga [Pa],

α – liniowy współczynnik rozszerzalności cieplnej [1/K],

k – współczynnik przewodności cieplnej [W/m · K].

W latach sześćdziesiątych XX w. Hasselmann oparł się na bilansie energetycznym w celu zdefiniowania warunków, jakie muszą zostać spełnione, aby doszło do propagacji pęknięć już istniejących w materiale. Zaproponował on dwa równania, które pozwalają na wyliczenie współczynników odporności materiałów ogniotrwałych na wstrząsy cieplne:

$$R''' = \frac{E\gamma_{wof}}{\sigma^2(1-\mu)} \quad (3)$$

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma_{wof}}{\alpha^2 E}} \quad (4)$$

gdzie:

R''' – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne odpowiadające długości pęknięcia niepowodującego jeszcze zniszczenia próbki [m],

R_{st} – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne charakteryzujący odporność próbki na propagację pęknięć [K · m^{1/2}],

E – moduł Younga [Pa],

γ_{wof} – praca pęknięcia [J/m²],

μ – współczynnik Poissona,

σ – wytrzymałość [Pa],

α – liniowy współczynnik rozszerzalności cieplnej [1/K].

Wielu autorów porównywało współczynniki odporności na wstrząsy cieplne wyliczone za pomocą powyższych równań z wynikami otrzymanymi z eksperymentów. Jednak teorie odporności na wstrząsy cieplne lepiej sprawdzają się przy wyjaśnianiu mechanizmów degradacji tworzyw, niż przy obliczaniu rzeczywistych wartości naprężeń. Jest to spowodowane tym, że wyznaczanie stałych materiałowych wymienionych we wzorach (1)–(4) nie jest rzeczą prostą, a otrzymane wyniki mogą być obarczone znacznym błędem. Powyższe równania nie uwzględniają zmienności tych stałych wraz z temperaturą. Korelacje pomiędzy kryteriami obliczeniowymi a rzeczywistą odpornością materiałów na wstrząsy cieplne nie są znane.

Głównym celem badania odporności na wstrząsy cieplne jest ilościowe określenie odporności materiału na zniszczenie lub uszkodzenie wywołane przez kontrolowaną zmianę temperatury, na jaką wystawiony jest materiał w trakcie badania. Badania takie wykonuje się

na etapie: kontroli jakości, potwierdzania zgodności wyrobu z wymaganiami odbiorcy, porównywania wyrobów ogniotrwałych między sobą, określania możliwości zastosowania wyrobu, badania przy opracowywaniu nowych technologii. Różnorodność zastosowań materiałów ogniotrwałych i związane z tym różne warunki ich pracy powodują, że opracowywanych jest wiele metod badania odporności na wstrząsy cieplne, a warunki badania dobierane są do właściwości badanego materiału i jego dalszego zastosowania. Do tej pory nie udało się opracować

jednego „idealnego” testu, który pozwoliłby na szacowanie odporności materiałów na wstrząsy cieplne. Zmiany w procesach technologicznych wykorzystujących materiały ogniotrwałe zaostrzają warunki ich pracy, co z kolei wymusza produkcję materiałów ogniotrwałych coraz lepszej jakości. Bardziej odporne materiały wymagają zaostrzonych warunków ich badania. Taka sytuacja, gdzie zmiany w technologii wymusiły poprawę jakości stosowanych materiałów ogniotrwałych ma miejsce np. w procesie produkcji stali [20].

W literaturze opisane są bardzo zróżnicowane metody badań odporności na wstrząsy cieplne. Zasadnicze różnice dotyczące sposobu oceny odporności na wstrząsy cieplne dotyczą: wymiarów próbek, sposobu ogrzewania i studzenia, stopnia przechłodzenia ΔT . W tabeli 1 przedstawiono najistotniejsze założenia metod badania odporności na wstrząsy cieplne. Zestawienie obejmuje zarówno metody znormalizowane, jak i nieznormalizowane, których opis znaleziono w literaturze [21–30].

Odporność na wstrząsy cieplne decyduje o wyborze materiału w przypadku jego użytkowania w warunkach, w których występuje gradient temperatury. Obejmuje to wyroby stosowane w procesach wysokotemperaturowych, prowadzonych zarówno w sposób okresowy, jak i ciągły. Odporność na wstrząsy cieplne określana jest w sposób empiryczny poprzez umowną ocenę skutków wywołanych przez bezpośrednie poddawanie wyrobów cyklicznym zmianom temperatury. W celu oznaczania odporności na wstrząsy cieplne zostało opracowanych wiele metod pomiarowych, umożliwiających szacowanie efektywnego czasu pracy wyrobu w warunkach zmiennej temperatury. Metoda pomiarowa jest tym doskonalsza, im warunki badania bardziej odwzorowują autentyczne warunki pracy badanego materiału. Wymóg ten jest jednak bardzo trudny, a wręcz niemożliwy do spełnienia w warunkach laboratoryjnych.

Próbki do badania odporności na wstrząsy cieplne mogą mieć kształt równoległoboków lub dysków, czy cylindrów o różnych wymiarach. Jako czynnik ogrzewający próbkę stosowano w zależności od metody: ogrzewanie próbki w piecu, stopionym metalu lub w strumieniu gorących gazów. Czynnik chłodzący stanowiły: woda lub powietrze.

Ilościowej oceny odporności materiału na wstrząsy cieplne dokonuje się na podstawie: liczby cykli grzania i studzenia, które próbka wytrzymuje do jej zniszczenia, na podstawie oceny pęknięć wywołanych naprężeniami cieplnymi lub właściwości resztkowych próbek. Najczęściej badane właściwości resztkowe próbek to: moduł Younga, współczynnik Poissona, szybkość przejścia ultradźwięków przez próbkę, tarcie wewnętrzne, czy wytrzymałość na zginanie.

Akademia Górniczo Hutnicza w Krakowie, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki
Katedra Ceramiki i Materiałów Ogniotrwałych

Tabela 1

Wybrane metody badania odporności na wstrząsy cieplne materiałów ogniotrwałych opisane w literaturze

Lp.	Kształt i wymiary próbek	Sposób, temperatura i czas ogrzewania	Sposób, temperatura i czas chłodzenia	Sposób oceny odporności na wstrząsy cieplne
1.	prostokątne 200–250 mm x x 100–150 mm x x 50–100 mm	piec 950°C (zmienione na 850°C) 40 min	bieżąca woda 10–30°C 5 min	liczba zmian temperatury, które wytrzymała badana próbka do chwili straty 20% pierwotnej masy
2.	prostokątne 114 mm x 64 mm x 64 mm	piec 950°C 45 min	powietrze pod ciśnieniem 0,1 MPa temperatura pokojowa. Po schłodzeniu próbkę poddaje się naprężeniu zginającemu o wielkości 0,3 MPa	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem lub resztkowa wytrzymałość na zginanie i resztkowa prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po czterech cyklach ogrzewania i chłodzenia
3.	walce o średnicy 50 mm lub 36 mm i wysokości 50 mm	piec 950°C 15 min	bieżąca woda 10–20°C 3 min	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem

**Akademia Górniczo Hutnicza w Krakowie, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki
Katedra Ceramiki i Materiałów Ogniotrwałych**

4.	belecзки 25 mm x 25 mm x 150 mm	piec 1200°C 15 min	powietrze temperatura pokojowa 15 min	resztkowa wytrzymałość na zginanie i resztkowa prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po pięciu cyklach ogrzewania i chłodzenia
5.	cylindry o średnicy 1 cm i wysokości 1 cm	piec 950°C 15 min	woda 3 min	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem
6.	1) belki 30 mm x 30 mm x 150 mm 2) belki 50 mm x 50 mm x 150 mm	1) piec 1200°C 60 min 2) ciekłe aluminium 1000°C	1) woda 2) powierzchnia przeciwległa do powierzchni zanurzonej w aluminium znajdowała się w stanie nieogrzewanym	1) prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po wstrząsach cieplnych, resztkowy moduł Younga i resztkowa wytrzymałość na zginanie, 2) prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po wstrząsach cieplnych, resztkowy moduł Younga
7.	płytki 12,7 mm x 12,7 mm x 4,0 mm	komora grzewcza 120°C i 200°C 20 min. Przed pierwszym ogrzewaniem w próbkach	woda 20°C	oceniało całkowitą liczbę pęknięć oraz ich propagację po

**Akademia Górniczo Hutnicza w Krakowie, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki
Katedra Ceramiki i Materiałów Ogniotrwałych**

		zapoczątkowywano zniszczenie, stosując metodę Vickersa		narażeniu próbki na wstrząsy cieplne. Oznaczano resztkową wytrzymałość w funkcji ΔT
8.	krążki o średnicy 30 mm i grubości 3–5 mm	strumień gazów do 2000°C 15–20 s	bieżąca woda omywająca powierzchnię przeciwną do powierzchni ogrzewanej	pęknięcia pojawiające się w próbce wykrywane były za pomocą specjalnego czujnika dźwięku
9.	płytki 230 mm x 64 mm x 12 mm	piec 1000°C 2 h	powietrze pod ciśnieniem 0,6 MPa temperatura pokojowa 5 min	po schłodzeniu mierzono ciągle zmiany modułu Younga i tarcia wewnętrznego w próbce przez 24 h
10.	płytki 20 mm x 40 mm x 5 mm	piec 1250°C 30 min	woda	resztkowa wytrzymałość na zginanie resztkowy moduł Younga i współczynnik Poissona

II WYKONANIE ĆWICZENIA

Zasada pomiaru polega na określeniu ilości liczby cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem. Urządzenia wykorzystane przy pomiarach: piec silitowy do 1300°C, suwmiarka, suszarka laboratoryjna, eksykator. Badaniom podawane są próbki w kształcie walców o średnicy i wysokości równej $50 \pm 0,5$ mm.

Należy wykonać kolejno następujące czynności:

- a) próbki wysuszyć w suszarce laboratoryjnej w temp. $110 \pm 5^\circ\text{C}$ do stałej masy, a następnie schłodzić w eksykatorze przez 2 godziny,
- b) zmierzyć średnicę i wysokość badanej próbki,
- c) umieścić w piecu w temperaturze 950°C przez 15 minut badany walec
- d) po 15 minutach od włożenia do pieca, wyciągnąć próbkę i umieścić w wodzie przetrzymując przez 3 minuty
- e) dla każdej próbki wykonać n cykli z pkt.c-d, aż do zniszczenia próbki

III OPRACOWANIE WYNIKÓW

Wyniki oznaczeń odporności na nagłe zmiany temperatury zestawień w tabelach 1

Tabela 1. Wyniki oznaczania odporności na nagłe zmiany temperatury.

Próba	Wymiary próbki		Sposób, temperatura i czas ogrzewania	Sposób, temperatura i czas chłodzenia	Sposób oceny odporności na wstrząsy cieplne	Ilość cykli
	h [mm]	d [mm]				

LITERATURA

1. Nadachowski F.: Zarys technologii materiałów ogniotrwałych, Śląskie Wydawnictwo Naukowe, Katowice, 1995