

7<sup>Th</sup>  
INTERNATIONAL CONFERENCE  
on MATERIALS ENGINEERING  
and METALLURGY

TEHRAN - IRAN  
OCTOBER 9-10, 2018

**iMat 2018**

تهران - ایران  
۱۸ و ۱۷ مهرماه ۱۳۹۷

هفتمین کنفرانس بین المللی  
مهندسی مواد و متالورژی

و دوازدهمین کنفرانس مشترک

انجمن مهندسی متالورژی و مواد ایران و انجمن علمی ریخته گری ایران  
بیست و دومین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران



کواهی ارائه مقاله

ضمن تشکر و قدردانی از ارائه مقاله با عنوان

بررسی رفتار سایشی کامپوزیت  $(Ni - ZrO_2)$  ODS تولیدشده به روش SPS

در هفتمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی

دوازدهمین همایش ملی مشترک انجمن مهندسی متالورژی و مواد ایران و انجمن علمی ریخته گری ایران

این کواهی به نویسندگان مقاله:

زهرا فتاحی، سید عبدالکریم سجادی، ابوالفضل باباخانی، لیلا مومنی کنگرشاهی

اعطای کرده. موفقیت روز افزون شمار ادیب مشرف علم و فناوری، از خداوند متعال خواستاریم.

محمود نیلی احمدآبادی  
رئیس انجمن متالورژی و مواد ایران

محمد تقی حسامی  
دیرکتور

جلال حاجازی  
رئیس انجمن علمی ریخته گری ایران





## بررسی رفتار سایشی کامپوزیت ODS (Ni - ZrO<sub>2</sub>) تولید شده به روش SPS

زهرا فتاحی<sup>۱</sup>، دکتر سید عبدالکریم سجادی<sup>۲</sup>، دکتر ابوالفضل باباخانی<sup>۳</sup>، لیلی مومنی<sup>۴</sup>

### چکیده

کامپوزیت‌ها مواد پیشرفته‌ای هستند که به دلیل خواص مکانیکی منحصر به فرد خود، کاربرد روزافزونی در صنایع مختلف دارند. کامپوزیت‌های زمینه فلزی مزایای فراوانی نسبت به آلیاژها داشته که بخشی از این برتری‌ها عبارتند از: ضریب مخصوص بالاتر، استحکام بیشتر، خصوصیات بهتر در دماهای بالاتر، ضریب انبساط حرارتی کمتر و مقاومت بیشتر در برابر سایش. به دلیل داشتن همین مشخصات و برتری‌ها کامپوزیت‌های زمینه فلزی برای طیف گسترده‌ای از کاربردها مورد توجه می‌باشند. در تحقیق حاضر کامپوزیت ODS (Ni-ZrO<sub>2</sub>) با درصدهای مختلف اکسید زیرکونیم به روش SPS که یکی از روش‌های تفجوشی پودرهای فلزی است تولید شده است. ریزساختار کامپوزیت‌های تولید شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفت. آزمایش سایش به روش پین روی دیسک دوار در دمای اتاق و در اتمسفر محیط انجام شد. نتایج آزمایشگاهی نشان داد که حضور ذرات اکسید زیرکونیم تا حد مشخصی (۱۵ درصد وزنی) از توزیع یکنواختی برخوردار بوده که حضورشان به عنوان فاز تقویت‌کننده باعث افزایش مقاومت به سایش نمونه کامپوزیتی نسبت به آلیاژ Ni-۲۰Cr خالص می‌گردد ولی با افزایش میزان تقویت‌کننده، مقاومت به سایش نمونه‌ها کاهش یافت. همچنین با بررسی سطح نمونه‌های دچار سایش شده توسط میکروسکوپ SEM، نوع مکانیزم سایش، مکانیزم خراشان تعیین گردید.

**کلمات کلیدی:** کامپوزیت زمینه نیکل، اکسید زیرکونیم، ریزساختار، رفتار سایشی، روش SPS.

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد  
zfatahi820@gmail.com

۲- استاد گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد

۳- استاد گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد

۴- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد



## مقدمه

کامپوزیت‌های فلزی به طور گسترده‌ای در دهه‌های اخیر مورد بررسی قرار گرفتند و با موفقیت در صنعت خودرو و صنعت هوافضا به علت بهبود خواص مکانیکی و شیمیایی مانند میکرو سختی، مقاومت سایشی و مقاومت خوردگی در مقایسه با فلزات خالص مورد استفاده قرار گرفتند. به طور کلی کامپوزیت به ماده‌ای گفته می‌شود که از دو یا چند جزء سازنده تشکیل می‌شود که اختلاط این اجزاء با یکدیگر موجب ایجاد ساختاری می‌شود که از لحاظ خواص نسبت به هر کدام از اجزاء به تنهایی برتری دارد. [۱] اجزای تشکیل‌دهنده مواد کامپوزیتی عبارت است از یک فاز پیوسته به عنوان زمینه که توسط فاز دیگر که تقویت‌کننده نام دارد تقویت می‌شود. [۲] هدف اصلی استفاده از کامپوزیت‌های زمینه فلزی، افزایش خواص مکانیکی اجزا می‌باشد. [۳، ۴] یکی از مهمترین این کامپوزیت‌ها، آلیاژهای پایه ODS Ni (مقاوم شده توسط ذرات اکسیدی) است که برای کاربردهای دمایی بالا مورد استفاده قرار می‌گیرد. سرامیک‌های اکسیدی به عنوان سرامیک‌های دیرگداز برای کاربردهای مختلف در دمایی محیط و در دماهای بالا شناخته می‌شوند. که در این میان سرامیک‌های  $ZrO_2$  دارای خواص فیزیکی و مکانیکی بسیار خوبی از جمله نقطه ذوب بالا، مقاومت به سایش عالی، مقاومت خوردگی بالا، پایداری حرارتی و تطبیق خوب با فلزات می‌باشد [۵] استفاده از روش متالورژی پودر در تولید مواد با کارایی بالا از جنس کامپوزیت‌های زمینه فلزی یک روش اقتصادی است. [۶] یک مرحله کلیدی تولید قطعات به روش متالورژی پودر عبارتند از: تهیه مخلوط پودری، شکل دادن پودر و تفجوشی پودر [۷، ۸]، مخلوط کردن ذرات و چگالش آنها، یکی از روش‌های رایج تولید کامپوزیت، پس از تولید ذرات پودری (تقویت‌کننده و زمینه) است. رایج‌ترین روش در تولید PM-MMC ها، مخلوط کردن پودرهای موجود تقویت‌کننده و زمینه با یکدیگر است برای اختلاط می‌توان از ادوات معمول مثل مخلوط کن‌ها، آسیابها و یا خردکننده‌های با حرکت نامتقارن استفاده کرد. به کمک آلیاژسازی مکانیکی می‌توان ذرات اکسیدی را به داخل ذرات عنصری زمینه وارد کرد و در همین حین، فرایندهای شکسته شدن ذرات و ایجاد توزیع مناسب‌تر نیز رخ می‌دهد. بعد از فرایند آسیاکاری، ذرات تقویت‌کننده با اندازه چند نانومتر از هم جدا شده، و توزیع مناسبی در زمینه پیدا می‌کنند. مهمترین قسمت فرایند در متالورژی پودر، تفجوشی قطعات شکل داده شده می‌باشد. هنگامی که یک پودر فشرده در دمایی بالایی (زیر نقطه ذوب نانوکامپوزیت) به مدت زمان مناسبی حرارت داده شود ذرات پودری به یکدیگر جوش خورده، فضای خالی بین ذرات کاهش می‌یابد و در نهایت جسم جامد چگال به دست می‌آید، به این پدیده تفجوشی یا پخت می‌گویند [۹]. یکی از روش‌هایی که منجر به بهبود چشمگیری در شرایط تفجوشی و در نتیجه ریزساختار و خواص مکانیکی می‌شود، به کارگیری جریان الکتریکی در فرایند تفجوشی می‌باشد که روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای این ویژگی را دارد [۷].



در این پژوهش تولید پودرهای Ni- ZrO<sub>2</sub> به روش الکترولس و تفجوشی به روش پلاسمای جرقه‌ای در سیستم کامپوزیت ODS نیکل-زیرکونیا انجام شد. به این منظور، اکسید زیرکونیم که با روش الکترولس با نیکل پوشش داده شده‌اند به عنوان تقویت کننده در زمینه آلیاژ Ni-20% Cr انتخاب شد. جهت دستیابی به تراکم مناسب و بهبود خواص مکانیکی و ریزساختار آن، درصد‌های مختلف تقویت کننده افزوده و در نهایت نمونه‌ها تحت عملیات تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای قرار گرفتند. به منظور بررسی تاثیر درصد ذرات اکسید زیرکونیا بر مقاومت به سایش نمونه‌ها، تست سایش روی هر نمونه انجام گرفت.

### مواد و روش تحقیق

#### مواد مورد استفاده

Ni-20% Cr به عنوان زمینه و پودر اکسید زیرکونیم (۹۹٪، Merck, ZrO<sub>2</sub>) با میانگین اندازه ذرات ۵ میکرومتر به عنوان ذرات تقویت کننده برای ساخت کامپوزیت مورد استفاده قرار گرفتند. جهت پوشش دهی ۱ گرم اکسید زیرکونیم به روش الکترولس از ترکیب حمام آورده شده در جدول استفاده شد. دمای حمام ۸۰ °C، محدوده PH، ۱۰-۹ و مدت زمان اعمال پوشش ۳۰ دقیقه بوده است.

جدول ۱- ترکیب حمام الکترولس نیکل

عوامل مصرفی	ترکیب شیمیایی
نمک اصلی	NiCkel Sulfate(0.85g) (NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O)
عامل احیا کننده	Sodium hyphosphite(5.55g) (NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> . H <sub>2</sub> O)
عامل کمپلکس	Sodium Citrate(1.17g) (Na <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> . H <sub>2</sub> O)
عامل بافر	Sodium hydroxide(2.5g) (NaOH)

به منظور اختلاط پودر زمینه (آلیاژ Ni-20%Cr) با اکسید زیرکونیم پوشش داده شده با نیکل از دستگاه آسیای گلوله‌ای ماهواره‌ای استفاده شد. قبل از این که پودرها، داخل ظروف آسیاکاری ریخته شوند، برای اطمینان از تمیزی محفظه‌ها و دیواره‌های ظروف، ابتدا مقداری شیشه و تعدادی گلوله داخل ظرف ریخته و دستگاه را روشن می‌کنیم که به مدت حدوداً ۱۰ دقیقه کار کند تا دیواره‌ها و کف ظرف‌ها از آلودگی‌های موجود پاک شوند. پس از این، دستگاه آسیاکاری را خاموش کرده و ابتدا محفظه‌ها را خالی و سپس با الکل شستشو می‌دهیم. قابل ذکر است که تعادل وزنی مواد داخل محفظه‌های فولادی بسزایی دارد و وزن پودر و گلوله داخل هر دو ظرف

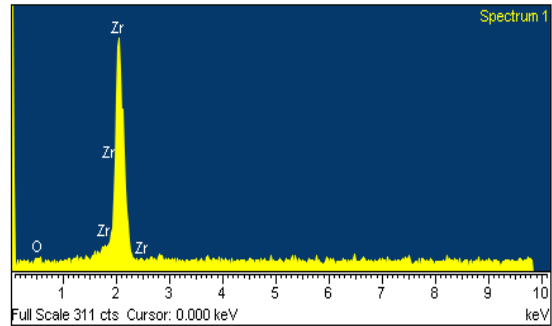
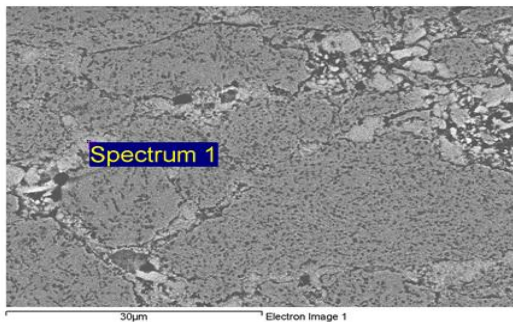


باید یکسان باشد. در غیر این صورت چون آسیا با دور بالایی کار می‌کند عدم تعادل محفظه‌ها باعث خرابی و از کار افتادگی دستگاه آسیاکاری می‌شود. در نهایت آسیاکاری پودر زمینه آلیاژی نیکلی با تقویت‌کننده‌ی زیرکونیای پوشش داده شده با نیکل، با نسبت گلوله به پودر ۱:۱۰، سرعت چرخش ۲۰۰ rpm و زمان آسیاکاری ۱۵ دقیقه انجام گرفت. به منظور جلوگیری از بهم چسبیدن پودرها، یا چسبیدن پودرها به گلوله‌ها و دیواره ظرف از اتانول استفاده گردید. پس از انجام آسیاکاری و اختلاط کامل پودر مواد تشکیل‌دهنده کامپوزیت با یکدیگر، آن را از دستگاه آسیاکاری خارج کرده که در نهایت پودرهای کامپوزیتی با درصد‌های وزنی مختلف از ذرات تقویت‌کننده تهیه شد. در این پژوهش درصد وزنی زیرکونیا مقادیر ۱۵، ۱۱ و ۱۹ در نظر گرفته شد. و در مرحله آخر به روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای در فشار ۵۰ مگاپاسکال و دمای ۱۲۰۰ °C و با سرعت گرمایش ۵۰ °C بر دقیقه تحت فرایند تفجوشی قرار گرفتند. در این پژوهش جهت مشاهده ریزساختار از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شده است. آنالیز عنصری با سیستم طیف‌سنجی انتشاری انرژی EDS متصل به دستگاه SEM نیز انجام شده است. همچنین به منظور بررسی رفتار سایشی، تست سایشی نمونه های کامپوزیتی به روش پین و دیسک (pin-on-disk) توسط پین‌هایی از کامپوزیت ها به قطر ۱۵ mm و ارتفاع ۵mm و دیسک سنباده SiC به شماره ۳۲۰ انجام شده است. تمامی نمونه‌ها در شرایط ثابت دمای محیط، سرعت چرخش ۶۰ دور بر دقیقه، نیروی اعمالی ۱۰ نیوتون و محیط سایشی ۵۰۰-۰ تست شده‌اند.

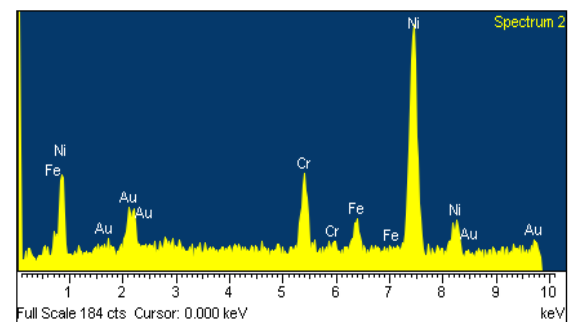
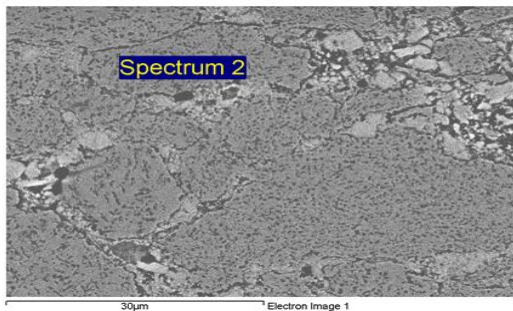
## نتایج و بحث

### ریزساختار نمونه های کامپوزیتی

شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه کامپوزیتی Ni-20%Cr/15wt.%ZrO<sub>2</sub> تفجوشی شده در دمای ۱۲۰۰ °C را نشان می‌دهد. نتایج آنالیز EDS نشان می‌دهند که در این ساختار فاز تیره رنگ و خاکستری، زمینه یعنی آلیاژ Ni-20%Cr می‌باشد و فاز سفید و روشن زیرکونیا می‌باشد که روی مرزدانه قرار گرفته است. با مشاهده ریزساختار نمونه کامپوزیتی به خوبی نمایان است که ذرات ZrO<sub>2</sub> به صورت کاملا یکنواختی در مرزدانه توزیع شده‌اند. در نتیجه عیوب آگلومره شدن ذرات تقویت‌کننده در این نمونه به دلیل افزایش سطح ویژه و کاهش انرژی سطح ذرات به ندرت به چشم می‌خورد.



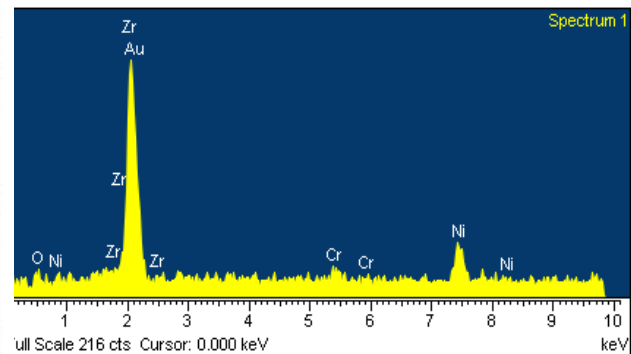
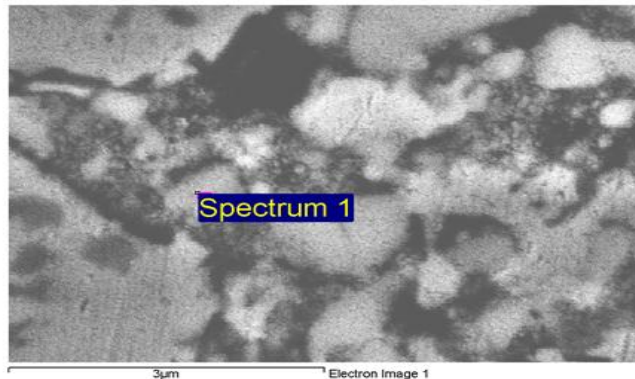
(الف)



(ب)

شکل ۱ - تصویر SEM و نتایج EDS نمونه کامپوزیتی  $\text{Ni-20\%Cr/15wt.\%ZrO}_2$  (الف) تصویر SEM و EDS مرز دانه ، (ب) تصویر SEM و EDS زمینه.

شکل ۲ تصویر SEM نمونه کامپوزیتی  $\text{Ni-20\%Cr/15wt.\%ZrO}_2$  را در بزرگنمایی بیشتر به منظور مشاهده پوشش الکترولس نیکل روی ذرات زیرکونیا نشان می‌دهد. همانطور که در شکل مشاهده می‌شود پوشش یکنواختی از نیکل روی سطح ذرات اکسید زیرکونیا نشانده شده‌اند. نتایج آنالیز EDS گواه این موضوع می‌باشد.



شکل ۲- شود تصویر SEM و نتیجه آنالیز EDS از سطح یک ذره  $ZrO_2$  پوشش داده با نیکل.

جدول ۲ نتایج سختی و نرخ سایش کامپوزیت‌های تولید شده با درصد‌های مختلف تقویت‌کننده را نمایش

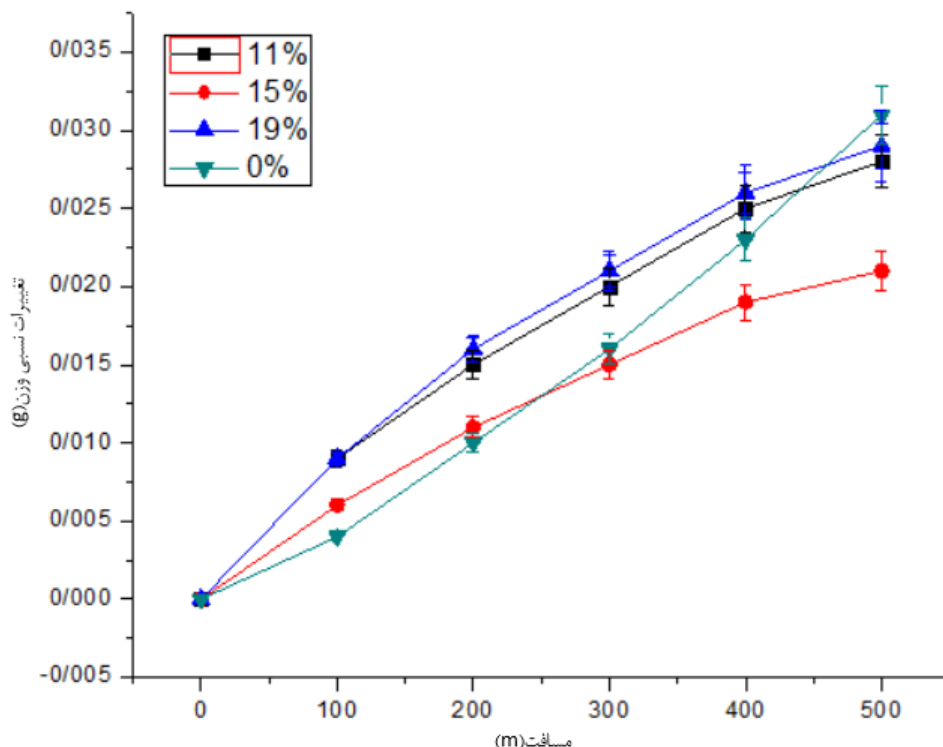
می‌دهد.

جدول ۲- سختی میانگین و نرخ سایشی نمونه‌های کامپوزیتی تولید شده

نمونه	سختی	وزن نمونه در مسافت‌های مختلف سایش (گرم)						میکرو درصد $ZrO_2$ وزنی پوشش داده شده با نیکل
		۰	۱۰۰	۲۰۰	۳۰۰	۴۰۰	۵۰۰	
۱	۳۶۹	۱۳.۱۶۶	۱۳.۱۷۰	۱۳.۱۷۶	۱۳.۱۸۲	۱۳.۱۸۹	۱۳.۱۹۷	۰
۲	۴۵۷.۲	۱۳.۳۳۳	۱۳.۳۴۲	۱۳.۳۴۸	۱۳.۳۵۳	۱۳.۳۵۸	۱۳.۳۶۱	۱۱
۳	۵۰۸.۴	۱۳.۱۱۵	۱۳.۱۲۱	۱۳.۱۲۶	۱۳.۱۳۰	۱۳.۱۳۴	۱۳.۱۳۶	۱۵
۴	۴۱۱	۱۳.۱۶۶	۱۳.۱۷۰	۱۳.۱۷۶	۱۳.۱۸۲	۱۳.۱۸۹	۱۳.۱۹۷	۱۹

شکل ۳ نتایج کاهش وزن نمونه‌های کامپوزیتی تولید شده در درصد‌های مختلف تقویت‌کننده را در

مسافت‌های مختلف سایشی نشان می‌دهد.



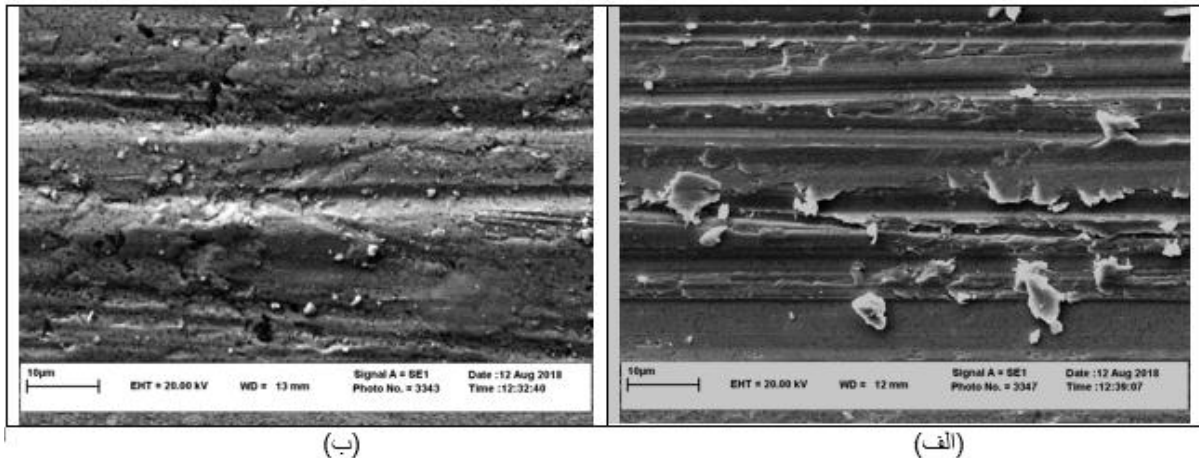
شکل ۳ - تغییرات نسبی وزن کامپوزیت های تف جوشی شده در درصدهای مختلف تقویت کننده

با مقایسه مقادیر کاهش وزن و نمودارهای کاهش وزن بر حسب مسافت سایشی نمونه‌های کامپوزیتی تولید شده با درصدهای مختلف تقویت کننده مشاهده می‌شود که نمونه‌های تقویت شده با ذرات زیرکونیا دارای رفتار نمایی و بدون ذرات دارای رفتار سایشی تقریباً خطی است [۱۰]. با افزودن ذرات تقویت کننده تا ۱۵ درصد وزنی مقاومت سایشی نمونه‌ها افزایش یافته است که علت آن توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده در بین ذرات نیکل است که به دلیل استحکام بالایی که دارند باعث افزایش مقاومت سایش می‌شوند. [۱۱، ۱۲] در واقع سایش به دلیل ایجاد ترک و رشد آنها به وجود می‌آید، پس هر عاملی که سبب جلوگیری از رشد ترک شود بهبود مقاومت سایش را به همراه دارد. بنابراین با افزایش زیرکونیا تا ۱۵ درصد وزنی به دلیل توزیع مناسب ذرات تقویت کننده و پیوند مناسب با زمینه، از رشد ترک‌ها جلوگیری شده و مقاومت به سایش افزایش می‌یابد.

در کامپوزیت با ۱۹ درصد زیرکونیا مقاومت به سایش نسبت به ۱۱ درصد و ۱۵ درصد کاهش یافته است که دلیل آن آگلومره شدن و بهم چسبیدن ذرات تقویت کننده در درصدهای بالایی از تقویت کننده می‌باشد. لذا در اثر سایش، این توده‌های حاصل از تجمع ذرات تقویت کننده از سطح سایشی کنده شده و محل‌های مناسبی را برای رشد ترک ایجاد می‌کنند که منجر به مقاومت سایش کمتر می‌شوند.



شکل ۴ تصاویر SEM از سطح سایشی کامپوزیت تف جوشی شده در دمای □ ۱۲۰۰ بدون ذرات تقویت‌کننده و با ذرات تقویت‌کننده را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل مشاهده می‌شود عمق سایش و شیارهای ایجاد شده در سطح کامپوزیتی که با ذرات تقویت نشده بیشتر از کامپوزیتی است که با ذرات تقویت شده است. همچنین با مشاهده تصویر SEM به علت ایجاد شیارهای موازی در سطح نتیجه می‌گیریم که مکانیزم سایشی از نوع خراشان است. از طرفی نیز در تمامی نمونه‌ها مشاهده می‌شود که بین سختی و رفتار سایشی رابطه مستقیمی برقرار است که با توجه به این می‌توان نتیجه گرفت که مکانیزم سایشی اتفاق افتاده از نوع خراشان است زیرا سایش خراشان تنها مکانیزمی است که در آن رفتار سایشی مستقیماً به سختی ماده در حال سایش وابسته است [۱۳].



(ب)

(الف)

شکل ۴- تصاویر SEM از سطح سایشی کامپوزیت الف) بدون ذرات تقویت‌کننده، ب) با ذرات تقویت‌کننده

### نتایج

۱- پوشش دهی ذرات اکسید زیرکونیا، باعث افزایش قابلیت ترشوندگی و اتصال بهتر ذرات تقویت‌کننده در زمینه می‌شود و علاوه بر این نحوه توزیع ذرات در زمینه را بهبود داده و باعث کاهش عیوب جدایش و آگلومره شدن ذرات می‌شود و بعلاوه پیوند بسیار مناسبی بین ذرات تقویت‌کننده و زمینه فراهم می‌آید.

۲- نتایج تست سایش نشان داد در اثر افزودن اکسید زیرکونیا تا ۱۵ درصد وزنی نرخ سایش در دراز مدت کاهش می‌یابد و مقاومت سایشی افزایش می‌یابد.



۳- مشاهده ریزساختار نمونه‌های کامپوزیتی نشان داد که در نمونه‌های تقویت نشده با ذرات اکسید زیرکونیم سایش بیشتری نسبت به نمونه‌های تقویت شده با اکسید زیرکونیم اتفاق افتاده است و مکانیزم سایشی از نوع خراشان است.

۴- تفجوشی پلاسمای جرقه ای باعث حذف ناخالصی‌ها و فازهای مضر، به تاخیر انداختن رشد دانه و در نتیجه بهبود خواص مکانیکی به علت متراکم شدن کامل و عدم حضور تخلخل‌ها و ساختار ریزتر می‌شود.

## مراجع

۱. Clyne, T. and P. Withers, *An introduction to metal matrix composites*. 1995: Cambridge university press.
۲. اف.ال. ماتیو، آر.دی.راولینگ، ع.شکوهفر، م.حداد سبزواری، ع.حائریان اردکانی، "علم و مهندسی مواد مرکب"، موسسه چاپ و انتشارات دانشگاه فردوسی مشهد، ۱۳۸۴.
۳. Kainer, K.U., *Metal matrix composites: custom-made materials for automotive and aerospace engineering*. 2006: John Wiley & Sons.
۴. Ralph, B., H. Yuen, and W.J.J.o.m.p.t. Lee, *The processing of metal matrix composites—an overview*. 1997. **63**(1-3): p. 339-353.
۵. Srivastava, M., A. Srinivasan, and V.W.J.A.j.o.M.s. Grips, *Influence of zirconia incorporation on the mechanical and chemical properties of Ni-Co alloys*. 2011. **1**(2): p. 113-122.
۶. Hort, N., K.U.J.M.M.C.C.-m.M.f.A. Kainer, and A. Engineering, *Powder Metallurgically Manufactured Metal Matrix Composites*. 2006.
۷. C.A.H.e.a, *Sintering of advanced ceramic*. American Ceramic Society, 1990.
۸. Li, G.-j., et al., *Microstructure and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni composites*. 2004. **30**(6): p. 977-982.
۹. Zhang, D., et al., *Differential sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>-Ni composite, during pulse electric current sintering*. 2006. **32**(3): p. 241-247.
۱۰. Beygi, H., et al. *Development in wear resistance of Fe-0.7 Cr-0.8 Mn milling balls through in situ reinforcing with low weight percent TiC*. in *Advanced Materials Research*. 2012. Trans Tech Publ.
۱۱. Çelikyürek, İ., et al., *Microstructure, properties and wear behaviors of (Ni<sub>3</sub>Al) p reinforced Cu matrix composites*. 2011. **27**(10): p. 937-943.
۱۲. Prosviryakov, A.J.J.o.A. and Compounds, *SiC content effect on the properties of Cu-SiC composites produced by mechanical alloying*. 2015. **632**: p. 707-710.
۱۳. Stachowiak, G. and A.W. Batchelor, *Engineering tribology*. 2013: Butterworth-Heinemann.