در صنایع هوا فضا دو سرامیک ZrB₂ و HfB₂ را به عنوان سرامیکهای فوق دمای بالا میشناسند. این دو بورید دارای

نقطه ذوب بالایی هستند (بیش از ۳۲۰۰ درجه سانتی گراد)

بررسی تأثیر همزمان ذرات کاربید سیلیسیم نانو و میکرون بر خواص ریزساختاری و رفتار مکانیکی کامپوزیت بر پایه دیبورید زیرکونیم تقویت شده با نیترید آلومینیم

زینب نصیری*، مهری مشهدی

سمع مواد و فناوری های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

* zeynabnasiri@mut.ac.ir

۱۷/۱GPa و ۵/۷ Mpa.m^{1/2} افزایش یافت.

در این تحقیق، تفجوشی نانوکامپوزیت ZrB2-SiC به روش تفجوشی بدون فـشار بررسـی گردیـد. از پـودر

AIN در مقیاس میکرون به عنوان تقویت کننده استفاده شد. به منظور بررسی تـ أثیر حضور همزمـان ذرات

SiC نانو و میکرون ابتدا پودر ZrB2 به همراه درصدهای مختلف از SiC نانو و میکرون در آسیاب سیارهای با به مدت ۲ ساعت با سرعت ۲۰۰۲pm آسیاب شدند. مخلوط حاصل ابتدا توسط پرس تک محوری در

دمای ۵۰° و فشار ۱۰۰MPa پرس گردید و سپس تحت فرآینـد پـرس ایزواسـتاتیک سـرد (CIP) قـرار

گرفته و در دمای ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد در اتمسفر آرگون زینتر شد. به منظور تعیین نسبت بهینه SiC نانو

به میکرون، چگالی نسبی، سختی و چقرمگی نمونهها اندازهگیری شد. سپس ذرات AIN به کامپوزیت

ZrB2-SiC اضافه شده و ریزساختار و خواص مکانیکی آن مورد بررسی قرار گرفت. نتـایج حاصـل شـده از تمامی نمونهها در ترکیبات مختلف نشان میدهند که با تغییر درصد حجمی SiC نانو از ۲۰ درصد حجمی نانو به ۱۵ درصد نانو و ۵ درصد میکرون، کاهش در تخلخل و افزایش در چگالی نسبی (۹۵/۱) رخ میدهد. با بررسی ریز ساختاری و اندازه گیری خواص مکانیکی نمونهها بیشترین سختی و تـافنس شکـست نیـز، در ترکیب دارای به ترتیب ۱۵ و ۵ درصد حجمی SiC نانو و میکرون و با مقادیر ۱۵/۹Gpa و ۴/۹Mpa.m^{1/2} مشاهده شد. با افزودن ذرات AIN چگالی نسبی به ۹۸/۱ درصد و مقادیر سختی و چقرمگی شکست به

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۱ فروردین ۱۳۹۶ پذیرش: ۲۰ تیر ۱۳۹۶

کليد واژه:

۱- مقدمه

نانو کامپوزیت، دیبوریـد زیرکـونیم، كاربيد سيليسيم، نيتريد آلومينيم، زينتر بدون فشار

[1] و همچنین هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، سختی بالا، استحکام خوب و پایداری شیمیایی در دماهای بالا دارند. ویژگیهای گفته شده برای دیبوریدها به ویژه هدایت



حرارتی بسیار بالای آنها موجب شده است کـه اسـتفاده از دیبوریدها (به ویژه ZrB₂ و HfB₂) در کاربردهایی که تحت تنشهای حرارتی هستند، بسیار مناسب باشند [۲]. به دلیل داشتن این خواص، دی بورید زیر کونیوم دارای یتانسیل کافی به منظور کاربرد در صنایع هوافضا می باشد. اما این سرامیک دارای معایبی نیز هست. از جمله این معایب می توان به مشکل بودن فرآیند ساخت به دلیل حضور ناخالصیهای اکسیدی روی سطح ذرات دی بورید، مقاومت به اکسیداسیون ضعیف به دلیل تشکیل لایه متخلخل زیر کونیا و نیز فشار بخار بالای اکسید بور مذاب و همچنین ويسكوزيته پايين اکسيد بور، خواص مكانيكي ضعيف و ... اشاره کرد. به منظور رفع مشکلات یاد شده از افزودنی هایی مانندد: HfB2 ،Si₃N4 ،MoSi₂ ،SiC ،B₄C و ... استفاده میشود. لازم به ذکر است کـه از ایـن افزودنـیهـا هـم بـه عنوان کمک زینتر و هم به عنوان فاز ثانویه (تقویت کننده) استفاده می کنند [۳, ۴]. به عنوان مثال، حضور AlN و SiC علاوه بربالا رفتن چگالی نسبی باعث افزایش خواص مكانيكي از جمله استحكام و سختي نسبت به ZrB₂ خالص می شود [۵]. Han و همکارانش [۶] گزارش کردهاند که با افزودن AIN، كامپوزيت ZrB₂-SiC زينتريذيري بهتري پیدا می کند، که این به دلیل تشکیل محلول جامد حاصل از SiC و AlN میباشد، به طوری که چگالی نسبی کامپوزیت ZrB₂-SiC بدون افزودن AlN، ۹۲٪ می باشد، ولی با افزودن تنها ۵ درصد حجمی AIN، چگالی نسبی به ۹۷/۵٪ رسیده است. نتایج تحقیقاتی که Liang و همکارانش [۷] بر روی رفتار چگالش کامپوزیت ZrB₂-SiC-AlN به روش پرس گرم انجام دادهاند نشان میدهد که چگالی نسبی

نمونههای حاوی ۱۰٪ حجمی AIN، ۲۰٪ حجمی SiC پس از پرس گرم در دمای ۲۰۰^oC حدود ۹۸/۷٪ است، اما چگالی نسبی 2rB₂ خالص پس از پرس گرم در دمای AIN درجه سانتیگراد تنها ۸۹–۸۵٪ میباشد. حضور AIN و SiC علاوه بر بالا رفتن چگالی نسبی باعث افزایش خواص مکانیکی از جمله استحکام و سختی نسبت به ZrB₂ خالص میشود.

یکی از محدودیتهای ذاتی کامپوزیتهای ZrB₂-SiC تردی بسیار زیاد آنهاست. یکی از راههای کاهش تردی این کامپوزیتها، افزودن AIN می باشد. ثابت شده است که حضور فازهای ثانویه نانومتری در زمینه سارمیکی باعث افزایش چشمگیر در خواص کامپوزیت می شود. البته این در صورتی است که توزیع ذرات نانومتری بطور یکنواخت صورت گرفته و تا حد ممکن از آگلومره شدن آن ها جلوگیری شود. در چند سال اخیار گزارش هایی مبنای بار استفاده همزمان از ذرات تقويت كننده نانومتري و میکرومتری در پوششهای سرامیکی ارائه شده است [۸]. نتایج این گزارشها نشان میدهد که استفاده همزمان از یک تقویت کننده در دو اندازه مختلف می تواند خواص مکانیکی را بهبود بخشد. اما تاکنون هیچ گزارشی مبنی بر حضور همزمان ذرات SiC نانو و میکرون در کامپوزیتهای بر پایه ZrB₂ ارائه نشده است. بر همین اساس در این تحقیق، به منظور دستیابی به توزیع یکنواخت ذرات SiC نانو و شکسته شدن آگلومرهها، پودر SiC نانو به همراه SiC میکرون به عنوان فاز تقویت کننده در کامپوزیت بر پایه ZrB₂ مورد استفاده قرار گرفت و پس از تعیین نسبت بهینه ذرات SiC نانو به میکرون، به منظور بهبود خواص مکانیکی

🗚 دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵



کامپوزیت ZrB₂-SiC، ذرات AlN به عنوان افزودنی به آن اضافه گردید.

۲- فعالیتهای تجربی

در ایـن تحقیـق، از روش زینتـر بـدون فـشار بـرای تولیـد کامپوزیت ZrB₂-SiC استفاده شد. پـودر ZrB₂ بـا متوسـط اندازه ذرات ۱۰ میکرون (با درصد خلوص بیش از ۹۸ درصد ساخت کشور روسیه) به عنوان زمینه کامپوزیت مورد استفاده قرار گرفت. از پـودر SiC نـانو (بـا متوسط انـدازه ذرات ۴۰ نانومتر با درصد خلوص بـیش از ۹۵ درصـد سـاخت کـشور چین)، SiC میکرون (با متوسط اندازه ذرات ۱۰ میکـرون بـا درصد خلوص بیش از ۹۸ درصد ساخت کشور چین) و AIN (با متوسط اندازه ذرات ۱۰ میکرون و درصـد خلوص بـیش از ۹۸ درصـد سـاخت کـشور روسـیه) نیـز بـه عنـوان فـاز تقویت کننده استفاده شد.

در تحقیقات قبلی ثابت شد [۴] که حضور فازهای ثانویه نانومتری در زمینه سرامیکی باعث افزایش چشمگیر در خواص کامپوزیت میشود. البته این در صورتی است که توزیع ذرات نانومتری بطور یکنواخت صورت گرفته و تا حد ممکن از آگلومره شدن آنها جلوگیری شود. به همین دلیل در این تحقیق، به منظور دستیابی به توزیع یکنواخت ذرات SiC نانو و شکسته شدن آگلومرهها، پودر SiC نانو به همراه نسبت گلوله به پودر ۱:۲۰ به مدت ۱ ساعت و با سرعت نسبت گلوله به پودر ۱:۲۰ به مدت ۱ ساعت و با سرعت نقش دیسپرسانت آلی را داشته و به شکسته شدن آگلومرهها کمک میکند.

به منظور ساخت نمونههای کامپوزیتی، پودر ZrB₂ به همراه پودرهای SiC نانو و میکرون با نسبتهای 20:0، 15:5، 10:10 و 5:15 در آسیاب سیارهای (با محفظه و گلوله های زیرکونیا) به مدت ۲ ساعت با سرعت ۲۰۰ ۲۰۰ در محیط ایزوپروپانول آسیاب گردید. مخلوط حاصل پس از پرس تک مجوری در دمای ۲۰°۸۰، جهت افزایش استحکام خام تحت فرآیند پرس ایزواستاتیک سرد (CIP) با فشار ۲۰۰۰bar قرار گرفت. پس از عملیات CIP، نمونهها در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد پیرولیز شده و سپس فرآیند زینتر بدون فشار نیز در دمای ۲۱۵۰°C در کوره دما بالا با المنتهای گرافیتی در اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت صورت گرفت. پس از تعیین نسبت بھینہ ذرات SiC نانو بے میکرون، بے منظور بهبود خواص كامپوزیت ZrB2-SiC، ذرات AlN (با درصیدهای حجمیی ۲/۵، ۵، ۷/۵، ۱۰، ۱۲/۵ و ۱۵) به آن اضافه گردید. در جدولهای ۱ و ۲ نام و ترکیب نمونههای تولید شده در این تحقیق آورده شده است. جهت بررسی تأثیر حضور همزمان ذرات SiC نانو ومیکرون و ذرات AIN مقادیر دانسیته نسبی و درصد تخلخل به روش ارشمیدس (استاندارد ASTM C 373-88) محاسبه گردید. برای مقايسه ريزساختار نمونهها نيز از ميكروسكوب الكتروني روبشی (SEM) مدل VEGA3 TESCAN مجهز به طيفسنج EDS و آناليز XRD (دستگاه پراش پرتو ايكس XRD, Seifert 3000 PTS) استفاده شد. سطح نمونه ها جهت بررسیهای ریزساختاری ابتدا به وسیله سنگ CBN و سپس با سمباده های ۶۰ ۲۲۰، ۴۰۰، ۶۰۰ و ۱۰۰۰ سمباده کاری شد. سختی نمونه ها مطابق با استاندارد ۱۳۲۷ASTMC با استفاده از دستگاه سختی سنج ویکرز

دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵ 👂

 $K_{IC} = 0.16.H_V.a^{1/2} \left(\frac{C}{a}\right)^{-2/3}$

که در آن C نصف طول ترک، H_v سختی و a نصف قطر



		-	nuno, nuoron	U	0/				
نام نمونه درصد حجمی فاز SiC نانو و میکرو		ZS20/0 20nano/0micron		ZS15/5		ZS10/10		ZS5/15	
				n 15nan	15nano/5micron		10nano/10micron		5nano/15micron
Z: ZrB ₂	2 , S: SiC								
	Zrl	B ₂ -SiC _r	ano/micron-Al	ونههای N	کد گذاری نہ	جدول ۲- [.]			
	نام نمونه	ZS	ZSA1	ZSA2	ZSA3	ZSA4	ZSA5	ZSA6	
	درصد حجمی فاز AlN	•	۲/۵	۵	۷۱۵	1.	۱۲/۵	۱۵	
	Z: ZrB ₂ , S: SiC , A: A	.lN]]				

جدول ۱ – کدگذاری نمونههای ZrB₂-SiC_{nano/micron}

اثر میباشد.

۳- نتایج و بحث

تصویر SEM از مخلوط پودر SiC-SiC_{nano} پس از آسیاب (شکل ۱) نشان میدهد که نانو ذرات SiC در اطراف ذرات SiC میکرون تجمع کرده و به این ترتیب تا حدود زیادی از آگلومره شدن آنها جلوگیری به عمل آمده است. به عبارت بهتر ذرات SiC میکرون مانع آگلومره شدن بیش از حد نانوذرات شده است.

در پژوهشهای قبلی انجام شده میزان بهینه درصد حجمی SiC نانو ۲۰ درصد گزارش شد [۷] بنابراین در این تحقیق با اضافه کردن مقادیر متفاوتی از SiC میکرون در ترکیب بهینه کامپوزیت به بررسی تاثیر آن در خواص نهایی و رفتار تفجوشی نمونه پرداخته میشود.

♦✔ دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵

در شکلهای ۲ و ۳ نتایج حاصل از محاسبه دانسیته نسبی و درصد تخلخل نمونههای حاوی فاز تقویت کننده SiC نانو و میکرون در دمای تفجوشی C^o۲۱۵۰ آورده شده است. همانطور که مشاهده میشود بهترین نتیجه در نسبت همانطور که مشاهده میشود بهترین نتیجه در نسبت SiC = 15/5 به دست آمده است. بطوری که چگالی نسبی در این حالت (۲۹/۱) حتی از چگالی نسبی نمونههای نسبی در این حالت (۲۹/۱) حتی از چگالی نسبی نمونههای نسبی در این نشان SiC_{nano} (یعنی ۸۳/۸ و ۹۳/۹) نیز بیشتر است. این نشان میدهد که حضور همزمان ذرات SiC نانو و میکرون در زمینه SiC_{nano} در مقایسه با نمونههایی که فقط دارای ذرات تقویت کننده نانومتری هستند، . تأثیر بسیار بیشتری بر بهبود خواص کامپوزیت دارد که این تنها با افزودن ۵ درصد حجمی SiC میکرون به دست آمد. این مسئله با توزیع غیر

Downloaded from ijcse.ir at 14:33 +0430 on Tuesday August 8th 2017

www.SID.ir





یکنواخت ذرات SiC نانو توجیه میشود [۹]. در نمونههای نانو با افزایش درصد حجمی SiC نانو، پدیده آگلومره شدن تشدید شده و در نتیجه درصد تخلخل ظاهری افزایش می یابد. کاملا واضح است که وجود ذرات میکرون به دلیل کاهش پدیده آگلومره شدن در این نمونهها باعث بهبود

خواص می شوند [۱۰]. کاهش آگلومره شدن ذرات منجر به بهبود رفتار تفجوشی بدون فشار و فرآیند چگالش شده و همانطور که در تصویر SEM شکل ۴ دیده می شود، درصد تخلخلهای کامپوزیت به شدت کاهش می یابد.



شکل ۱- تصویر SEM از مخلوط پودری SiC-SiC_{nano} پس از ۲ ساعت آسیاب



شکل ۲- مقادیر دانسیته نسبی برحسب تغییرات درصد حجمی SiC نانو و میکرون در دمای زینتر ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد





شکل ۳- مقادیر تخلخل ظاهری برحسب تغییرات درصد حجمی SiC نانو و میکرون در دمای زینتر ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد



 ZrB_2 - 15%SiC_{nano}-5%SiC شکل ۴- تصویر الکترونهای ثانویه از کامپوزیت H

با توجه به اینکه بیشترین درصد دانسیته نسبی و کمترین میزان تخلخل در کامپوزیت ZrB₂-SiC در نسبت SiC نانو به میکرون ۱۵ به ۵ به دست آمد؛ در مرحله بعدی به این کامپوزیت، درصدهای مختلفی از فاز تقویت کننده AIN اضافه گردید.

ZrB₂-SiC_{nano/ micron}- نانوکامپوزیت AIN

۳–۱– مشخـــصه یــابی ریز ســاختاری

الگوی پراش پرتو X کامپوزیت - Smicron کامپوزیت - ZrB₂-SiC_{15nano}/ smicron در AIN پس از پخت در دمای ۲۱۵۰ به مدت ۱ ساعت در اتمسفر آرگون در شکل۵ نشان داده شده است.

¥¥ دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵





شکل ۵- آنالیز XRD از نمونه کامپوزیتی مربوط به کد ZSA4

همانطور که دیده می شود نمونه شامل فازهای $2rB_2$ ، SiC ، ZrB_2 همانطور که دیده می شود نمونه شامل فازهای Br ماله و مقدار کمی BN است. BN در نتیجه واکنش بین AlN و مقدار کمی BN است. BN در نتیجه واکنش بین B_2O_3 و AlN difference of $B_2O_3(l) = 2BN(s) + Al_2O_3(s)$ (۱)

طبق این واکنش، B₂O₃ که بـه عنـوان ناخالـصی بـر روی سطح ذرات ZrB₂ وجود دارد توسط AIN احیـا شـده و فـاز BN را به وجود میآورد. از آنجایی که این فاز بر روی سـطح ذرات ZrB₂ تشکیل میشود امکان مخلوط شدن آن بـا فـاز مایع تشکیل شده در مرزدانه (در حـین عملیـات تفجوشـی) وجود دارد. این موضوع در تصویر SEM با بزرگنمـایی بـالا که از کامپوزیت ZrB₂-SiC-10AIN تهیه شده است نیـز قابل مشاهده می.باشد (شکل ۶). آنالیز EDS گرفته شـده از نقطه A نشان دهنده تشکیل فاز مـایع در مرزدانـه در حـین فرآیند تفجوشی که حضور همزمان چنـدین عنـصر مختلـف شامل زیرکونیم، سیلیسیم، بور، کربن به همراه مقادیر کمی از نیتروژن و آلومینیم را نشان می.دهد. حضور عناصـر بـور و

نیتروژن در آنالیز EDS احتمالاً به دلیل تـ شکیل فـاز BN حاصل از واکنش ۱ است.

در شکل ۷ نمودار تغییرات درصد چگالی نسبی نمونهها بر حسب درصدهای مختلف AIN آورده شده است. با توجه به این شکل بیشترین چگالی در ۷/۵ درصد حجمی AIN به دست آمده است. به عبارت دیگر با افزایش درصـد حجمی AIN از ۰ تا ۵/۷ درصد حجمی، چگالی نسبی افزایش یافته و پس از آن با افزایش درصد حجمی تا ۱۵ درصـد، چگالی نسبی نیز کاهش مییابد. همانطور که در بخش قبـل گفتـه شد، در حین فرآیند زینتر در اثر واکنش بـین AIN و B₂O₃ فاز MI تشکیل میشود. از آنجاییکـه حضور ناخالـصی نیشرفت فرآیند زینتر عمل کرده و مانع چگالش کامل نمونه می شود بنابراین چون با انجام این واکنش لایه اکـسیدی از روی ذرات ZIB حذف میشود پس میتوان نتیجه گرفت می شود بنابراین چون با انجام این واکنش لایه اکـسیدی از که با افـزایش درصـد حجمی AIN فرآینـد چگـالش و در روی ذرات ZIB حذف میشود پس میتوان نتیجه گرفت می بود بنابراین چون با انجام این واکنش لایه اکـسیدی از که با افـزایش درصـد حجمی AIN فرآینـد چگـالش و در



بررسی تأثیر همزمان ذرات کاربید سیلیسیم نانو و میکرون بر خواص ...

شکل ۶ نشان داده شد، فاز مایع مرزدانهای در واقع نوعی فاز شیشهای آلومینوسیلیکاتی است که می تواند به بهبود فرآیند تفجوشی طبق مکانیزم فاز مایع کمک کند. اما با افزایش مقدار فاز شیشهای در زمینه کامپوزیت، نه تنها به

بهبود چگالش کمک نکرده بلکه منجر به کاهش چگالی نسبی و رشد دانه نیز می شود که این در تحقیقات قبلی نیز ثابت شده است [۱۱].



شکل ۶- تصویر SEM با بزرگنمایی بالا از نمونه ZrB₂-SiC-10AlN به همراه آنالیز EDS



شکل ۷- مقادیر چگالی نسبی برحسب تغییرات درصد حجمی AlN در دمای زینتر ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد

۱۳۹۵ دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵



خواص مکانیکی کامپوزیت کمک کند [۱۲]. از طرف دیگر با اضافه شدن AIN به کامپوزیت ZrB₂-SiC طبق دیاگرام فازی دوتایی AIN-SiC (شکل ۸) در دمای زینتر، یک محلول جامد SiC+AIN (شکل ۸) در دمای بهبود فرآیند تفجوشی و افزایش چگالی نسبی نمونه کمک بهبود فرآیند تفجوشی و افزایش چگالی نسبی مونه کمک میکند. همانطور که در دیاگرام فازی ۱۶۰۰ مرجه دو فاز SiC و میشود، در دماهای بالاتر از ۱۶۰۰ درجه دو فاز SiC و AIN، تشکیل محلول جامد میدهند [۱۰].

همچنین با افزایش مقدار افزودنی AIN در ترکیب کامپوزیت ZrB₂-SiC میزان تشکیل فاز BN طبق واکنش ۱ نیز افزایش پیدا میکند. از آنجایی که BN دارای سختی پایین تر (حدود ۱۱ GPa) نسبت به دیگر اجزاء کامپوزیت است، طبق قانون مخلوطها افزایش کسر حجمی آن خواص مکانیکی کامپوزیت را کاهش میدهد. از طرف دیگر فاز BN یک فاز نرم محسوب میشود بنابراین تشکیل بیش از اندازه آن میتواند موجب کاهش استحکام فصل مشتر کها شده و در نتیجه به رشد افراطی دانهها و متعاقباً به افت



فرآیند زینتر ذرات AIN در بین ذرات ZrB₂ قرار می گیرند و انرژی فعال سازی نفوذ مرزدانهای را کاهش می دهند و از نفوذ سطحی جلوگیری می کنند. به معنای دیگر مانع از رشد دانه می شوند. در واقع ذرات AIN با کاهش انرژی فعال سازی نفوذ مرز دانهای (Q_{GB}) و ممانعت از رشد دانه (Q_G)، طبق معادله زیر، باعث کاهش انرژی فعال سازی موثر برای تفجوشی می شوند [۱۳]:

تفجوشی فاز AIN در کامپوزیت ZrB₂-SiC با مکانیزمهای تفجوشی فاز جامد قابل توجیه است. وقتی سیستم حرارت میبیند، سعی می کند انرژی سطحی را با کاهش سطح کم کند. نیروی محرکه برای تفجوشی، کاهش انرژی آزاد کل کند. نیروی محرکه برای تفجوشی، کاهش انرژی آزاد کل کند. نیروی محرکه برای تفجوشی، کاهش انرژی آزاد نفوذ $\Delta G_{T} = \Delta G_{v} + \Delta G_{b} + \Delta G_{s}$ است که در آن ΔG_{V} انرژی آزاد نفوذ صطحی می باشد. در حین مرزدانهای و ΔG_{s} آزاد نفوذ سطحی می باشد. در حین بررسی تأثیر همزمان ذرات کاربید سیلیسیم نانو و میکرون بر خواص ...

۲) Q_{EF}=Q_{GB}-Q_G بنابراین حضور فاز AIN باعث پیشرفت زینتر کامپوزیت ZrB₂-SiC میشود. تشکیل محلول جامد AIN-SiC را میتوان در تصویر SEM نمونه ZSA1 (شکل ۸) مشاهده کرد. با توجه به این شکل نواحی سیاه رنگ نشان دهنده ذرات SiC، نواحی روشن مربوط به فاز زمینه (ZrB₂) و

نواحی خاکستری احتمالاً بیانگر وجود محلول جامد SEM در نمونه میباشد. با مقایسه تصاویر SEM نمونههای ZSA1 و ZSA3 در تصاویر شکل ۹ و ۰۰ مشخص میشود که با افزایش درصد حجمی AIN تا ۷/۵ درصد، مقدار محلول جامد تشکیل شده در مرزدانهها بیشتر شده است.



شکل ۹- تصویر الکترونهای برگشتی از نمونه ZSA1 که نشان دهنده تشکیل محلول جامد در حین فر آیند زینتر میباشد.

۷۶ دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵



شکل ۱۰ – تصویر SEM از کامپوزیت ZrB₂-SiC حاوی ۷/۵ درصد حجمی AlN

بر حسب درصد حجمی AIN (شکل ۱۱) نشان میدهد که افزودن AIN تا ۷/۵ درصد حجمی موجب افزایش سختی تا ۱۷/۱ GPa می شود.

۲-۳- رفتار مکانیکی نانوکامپوزیت ZrB2-SiC_{nano/micron}-AIN در جـدول ۳ خـواص مکانیکی نانوکامپوزیت -ZrB₂ در جدول ۳ ارائه شده است. نمودار تغییرات سختی



		دمای ۲۱۵۰ [°] C							
درصد حجمی فاز AIIN	دد نمونه	سختی (GPa)	چقرمگی شکست (MPa.m ^{1/2})						
•	ZS	۱۵/۹	۴/۹						
۲/۵	ZSA1	18/1	۵						
۵	ZSA2	1 <i>F</i> /Y	۵/۵						
۲/۵	ZSA3) Y/)	Δ/V						
۱.	ZSA4	18/5	۴/۶						
١٢/۵	ZSA5	۱۵/۷ ۴/۵							
۱۵	ZSA6	14/4	4						
17.5 17 - 16.5 - 16.5 - 15.5 - 15.5 - 14.5 - 14.5 - 14 - 13.5 - 12		17.1							
0	2.5	5 7.5	10 12.5 15						
	درصدحجمی AIN								

جدول ۳- مقادیر سختی وتافنس شکست نمونههای ZrB₂-SiC_{nano/micron}-AIN زینتر شده در دمای ۲۱۵۰ درجه



در شـکل ۱۲ تـصویر اثـر سـختی سـنج ویکـرز بـر روی کامپوزیتهای ZrB₂-SiC حاوی ۲/۵، ۵/۷ و ۱۲/۵ درصـد حجمی AIN نشان داده شده است. همـانطور کـه مـشاهده میشود، در نمونه حاوی ۷/۵ درصد AIN اثر سختی کـاملا منظم بوده و هیچگونه تغییر فرمـی در اطـراف آن مـشاهده نمیشود. این مسئله به دلیل دانسیته بـالای ایـن نمونـه در

مقایسه با سایر نمونه ها می باشد. در تصویر شکل ۱۲ ساختار فشرده تر نمونه حاوی ۷/۵ درصد حجمی AIN نسبت به سایر نمونه ها کاملاً مشخص است. از طرف دیگر در نمونه سایر نمونه ها کاملاً مشخص است. از طرف دیگر در نمونه ۲/۵ درصد حجمی به دلیل تخلخل زیاد نمونه، اثر سختی ۱منظم است. از سوی دیگر مقدار بیش از حد AIN (بیش از ۲/۵ درصد) اثر معکوس بر زینترپذیری کامپوزیت -ZrB

🗚 دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵



SiC دارد. زیرا مقادیر بالای AIN به دلیل تشکیل بیش از حد فازهای ثانویه موجب گسستگی ساختار و افزایش تخلخلهای ظاهری شده که این امر سختی کامپوزیت را کاهش میدهد (شکل ۱۲(۵)). از طرفی افزودن AIN بر اندازه دانههای زمینه نیز تأثیرگذار است. در شکل ۱۳ اثر اندازه دانههای زمینه نیز تأثیرگذار است. در شکل ۱۳ اثر افزودن AIN بر اندازه دانه کامپوزیتهای ZrB₂-SiC زینتر افزودن AIN بر اندازه دانه کامپوزیتهای ZrB₂-SiC زینتر شده در دمای ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد نشان داده شده است. شده در دمای ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد نشان داده شده است. خالص (بدون افزودنیهای SiC و AIN) حدود ۳۰ میکرومتر است اما افزودن AIN منجر به کاهش قابل ملاحظهای در اندازه دانهها شده است. با افزایش کسر حجمی AIN تا ۵/۷

درصد اندازه دانه کاهش مییابد به حضور ذرات AIN و تشکیل محلول جامد SiC-AIN در مرزدانهها نسبت داده میشود. اما با افزایش مقدار AIN (بیشتر از ۷/۵ درصد) رشد دانه رخ میدهد که دلیل این مسئله میتواند تشکیل مقدار بیشتری فاز MI (در درصدهای بالای AIN) و همچنین افزایش فاز شیشهای آلومینوسیلیکاتی در مرز به مکانیزم تفجوشی فاز مایع و تشکیل فاز شیشهای و اسپینل مییابد متوسط اندازه دانههای زمینه کاهش یافته است که این نشان میدهد که ذرات AIN نقش جلوگیری کننده از رشد دانه را دارند.



شكل 1۲ – اثر سختى سنج ويكرز در كامپوزيت ZrB₂-SiC حاوى: (a) ۲/۵ (b) ۲/۵ و (c) ۲/۵ درصد حجمي AlN



شکل ۲۳- تأثیر درصد حجمی AIN بر اندازه دانههای کامپوزیت ZrB₂-SiC

طبق نتایج حاصل از نمودار تغییرات چقرمگی در شکل ۱۴ میتوان نتیجـه گرفت کـه افـزودن AIN تـا ۷/۵ درصـد ۵/۷MPa.m^{1/2} حجمـی موجـب افـزایش چقرمگـی تـا ۵/۷MPa.m^{1/2} میشود، در حالی که در نمونـه مـشابه بـدون حضور AIN میشود، در حالی که در نمونـه مـشابه بـدون حضور AIN بیشترین میزان تافنس ۶/۹MPa.m^{1/2} بـوده است. طبـق نظـر ghang و همکـارانش [۱۱]، یکـی از دلایـل بهبـود خواص مکانیکی کامپوزیتهای AIN ایکی از دلایـل بهبـود شدن ساختار به دلیل حضور ذرات AIN میباشد. بـر ایـن شدن ساختار به دلیل حضور ذرات AIN میباشد. بـر ایـن اسـاس از آنجـایی کـه تـصویر SEM نمونـه -SiC-SiC میا میباشد، بنابراین میتوان سختی بـالای آن را نـسبت بـه میباشد، بنابراین میتوان سختی بـالای آن را نـسبت بـه گزارش کردهاند که یکی از دلایل بهبود خـواص مکـانیکی با افزایش درصد حجمی AIN، افزایش دانـسیته و کـاهش اندازه دانههای زمینه میباشد.

همانطور که در شکل ۱۲دیده می شود، تغییرات چقرمگی شکست بر حسب درصد حجمی AIN نیز شبیه به تغییرات

سختی است. یعنی با افزایش درصد حجمی AlN چقرمگی شکست افزایش یافته و در ۷/۵ درصـد بـه مقـدار مـاکزیمم خود يعنى ٥/٧ MPa.m^{1/2} مىرسد و سـپس بـا افـزايش درصد AlN دوباره کاهش می یابد. یکی از محدودیتهای ذاتی کامپوزیتهای ZrB₂-SiC، تردی نسبتاً زیاد آنهاست. یکی از راههای کاهش تردی این کامپوزیتها، افزودن AlN می باشد. افزودن ذرات AlN به کامپوزیت -ZrB₂ SiC باعث افزایش قابلیت تغییر شکل پلاستیک آن میشود. دلیل این مـسئله بـه افـزایش زینتـر پـذیری پـودر به دلیل حضور ذرات AIN و در نتیجه کاهش اندازه ZrB₂ دانههای زمینه (ZrB₂) نسبت داده میشود. لازم بـه ذکـر است که مکانیزم تغییر شکل کامپوزیت ZrB₂-SiC-AlN شامل لغزش مرزدانه ها و تشکیل فاز شیشه ای در مناطق بین دانهای میباشد [۷]. از طرف دیگر کاهش اندازه ذرات ZrB₂ (ناشی از افزایش درصد حجمی ذرات AIN) باعث بهبود تافنس كاميوزيت ZrB₂-SiC-AIN مى شود. چراكه با کاهش اندازه ذرات، چقرمگی شکست از طریق مکانیزم پل

♦★ دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵





شکل ۱۵ – ریز ساختار کامپوزیت ZrB₂-SiC حاوی ۷/۵ درصد حجمی AlN



شکل ۱۶ – افزایش تافنس کامپوزیت ZrB₂-SiC-AIN از طریق پل زنی ترک

۴- نتیجهگیری

در این تحقیق رفتار تفجوشی بدون فشار و خواص مکانیکی کامپوزیت های بر پایه ZrB₂ حاوی ذرات SiC نانو و میکرون با و بدون افزودنی AIN پس از پخت در دمای ۲۱۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت در اتم سفر آرگون مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاکی از آن بود که در نمونههای حاوی ذرات SiC نانو و میکرون با افزودن ۵ درصد حجمی SiC میکرون و حضور ۱۵ درصد حجمی SiC نانو، دانسیته نسبی کامپوریت تا ۹۵/۱ درصد افزایش مى يابد، ولى با افزايش بيشتر ميزان ذرات SiC ميكرون خواص رو به کاهش میرود. در مرحله بعد مقادیر مختلفی از AlN به ترکیب بهینه شامل ۵ درصد حجمی میکرون و ۱۵

درصد حجمی نانو، اضافه شد. نتایج حاصل از آزمون های فیزیکی و مکانیکی نشان داد که افزودن AIN موجب بهبود خواص كامپوزیت ZrB2-SiCnano/micron شده، بطورى كه بهترین نتایج در ۷/۵ درصد حجمی AlN بدست آمد. در این ترکیب بهینه چگالی بالک به ۹۸ درصد رسید و در بررسی خواص مکانیکی، سختی و چقرمگی نیز افزایش یافت و به ترتیب به بیشینه مقدار ۱۷/۱ GPa و ۵/۷ MPa.m^{1/2}

مراجع

Justin, J. and A. Jankowiak, Ultra High [1] Temperature Ceramics: Densification, Stability. Properties and Thermal AerospaceLab, (3): p. p. 1-11, 2011.

> دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵ 87



size and additive effects. Journal of the American Ceramic Society, 91(5): p.p 1398-1404, 2008.

- [12] Wu, W.-W., et al., Synthesis, microstructure and mechanical properties of reactively sintered ZrB 2–SiC–ZrN composites. Ceramics International, 39(6): p.p 7273-7277, 2013.
- [13] Shaw, N.J., Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: A review of the models. II-Grain growth. 1989.
- [2] Guo, S.-Q., Densification of ZrB 2-based composites and their mechanical and physical properties: a review. Journal of the European Ceramic Society, 29(6): pp 995-1011, 2009.
- [3] Han, J., et al., Oxidation-resistant ZrB 2– SiC composites at 2200 C. Composites Science and Technology, 68(3): p.p 799-806, 2008.
- [4] Nasiri, Z., M. Mashhadi, and A. Abdollahi, Effect of short carbon fiber addition on pressureless densification and mechanical properties of ZrB₂–SiC–C sf nanocomposite. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 51: p.p 216-223, 2015.
- [5] Asl, M.S. and M. G. Kakroudi, Fractographical assessment of densification mechanisms in hot pressed ZrB 2-SiC composites. Ceramics International, 40(9): p.p 15273-15281, 2014.
- [6] Han, W., et al., Effect of AlN as sintering aid on hot-pressed ZrB 2–SiC ceramic composite. Journal of Alloys and Compounds, 471(1): p.p 488-491, 2009.
- [7] Liang, J., et al., Research on thermal shock resistance of ZrB 2–SiC–AlN ceramics using an indentation-quench method. Journal of Alloys and Compounds, 493(1): p.p 695-698, 2010.
- [8] Li, H.-J., et al., Oxidation behavior of SiC nanoparticle-SiC oxidation protective coating for carbon/carbon composites at 1773K. Carbon, 45(13): p.p 2704-2707, 2007.
- [9] Johnson, S., M. Gasch, and M. Stackpoole, Assessment of the state of the art of ultra high temperature ceramics. 2009.
- [10] Nasiri, Z. and M. Mashhadi, Effect of sintering temperature and SiC particles size on the microstructure and mechanical properties of ZrB2-SiC composites, in international symposium on nanotechnology. 2015: Iran.
- [11] Fahrenholtz, W.G., et al., Pressureless sintering of zirconium diboride: particle

دورهی ۵ شمارهی ۴ زمستان ۱۳۹۵ 🛛 🕊