

## تأثیر افزودن نانو گرافیت بر سختی و چقرمگی شکست کامپوزیت‌های $ZrB_2-SiC$ ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای

مهدی شاهی اصل<sup>۱</sup>، مهران جابری زمهریر<sup>۲</sup>، زهره احمدی<sup>۳</sup>، سروش پرویزی<sup>۳\*</sup>

<sup>۱</sup> استادیار گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه محقق اردبیلی، اردبیل، ایران

<sup>۲</sup> دانشجوی دکتری مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران

<sup>۳</sup> استادیار دانشکده مهندسی مواد و فناوری‌های نوین، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی، تهران، ایران

\* parvizi@sru.ac.ir

### اطلاعات مقاله:

دریافت: ۳ دی ۱۳۹۶

پذیرش: ۲۴ اردیبهشت ۱۳۹۷

### چکیده:

کامپوزیت‌های دما بالای دی‌بورید زیرکونیم-کاربید سیلیسیم به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای و با افزودن مقادیر مختلف نانو ورقه‌های گرافیت (۰، ۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ درصد وزنی) ساخته شدند. تفجوشی نمونه‌ها در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان ۷ دقیقه در محیط خلاء و با اعمال فشار بیرونی ۴۰ مگاپاسکال به انجام رسید. تأثیر نانو ورقه‌های گرافیتی بر سختی و چقرمگی شکست نمونه‌ها بررسی و تحلیل شد. نتایج به دست آمده نشان داد که با افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت، سختی کامپوزیت‌ها کمابیش به صورت خطی از ۱۹/۵ گیگاپاسکال برای نمونه فاقد افزودنی به ۱۲/۱ گیگاپاسکال برای نمونه تقویت شده با ۱۰ درصد وزنی نانو گرافیت کاهش یافت. عکس این روند درباره چقرمگی شکست نمونه‌ها دیده شد به گونه‌ای که از ۴/۳ مگاپاسکال جذر متر در نمونه فاقد افزودنی به ۸/۲ مگاپاسکال جذر متر برای کامپوزیت دارای ۷/۵ درصد وزنی نانو گرافیت افزایش یافت. افت سختی نمونه‌ها با افزایش مقدار نانو گرافیت به نرمی ذاتی این ماده نسبت داده شد ولی ارتقای چشمگیر چقرمگی شکست با افزوده شدن این نانو ماده، به فعال شدن سازوکارهای گوناگون چقرمه شدن مرتبط بود.

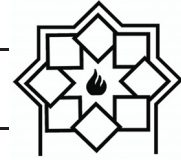
### کلید واژه:

دی‌بورید زیرکونیم، کاربید سیلیسیم، تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای، نانو گرافیت، سختی، چقرمگی شکست

### ۱- مقدمه

دی‌بورید زیرکونیم ( $ZrB_2$ ) دارای پیوند شیمیایی غالب اشتراکی با ساختار  $AIB_2$  هگزاگونال است. این ماده دمای ذوب بسیار بالا (بیش از ۳۲۰۰ درجه سانتی‌گراد)، مدول کشسان زیاد، سختی زیاد، مقاومت الکتریکی پایین، رسانش

گرمایی بالا و پایداری شیمیایی خوبی دارد [۱-۴]. برخورداری از این چنین ویژگی‌هایی، سبب شده است که سرامیک‌های دی‌بورید زیرکونیم برای کاربردهای سازه‌ای دما بالا همچون ابزارهای برش، سپرهای گرمایی در تجهیزات فراصوتی، بوته‌های ذوب فلز و الکترودهای دما بالا سودمند باشد [۵-۷]. پژوهش‌های نوین نشان داد که



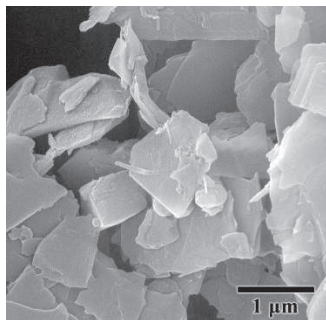
چگالی، قابلیت تحمل بار نیز حفظ شود. هر چند چقرمگی شکست نامطلوب سرامیک‌های  $ZrB_2-SiC$  همچنان مانعی برای کاربرد آن در محیط‌های تهاجمی است. تا به امروز ذرات  $ZrO_2$  [۱۵]، ویسکر  $SiC$  [۱۶]، فیبر کربن [۱۷]، گرافیت ورقه‌ای [۱۸] و غیره در جهت چقرمه کردن کامپوزیت‌های پایه  $ZrB_2$  افزوده شده‌اند. دمای انتقال فازی  $ZrO_2$  (نزدیک ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد) با توجه به دمای کاری پیش‌بینی شده برای سرامیک‌های پایه  $ZrB_2$  (بالا تر از ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد)، توانایی چقرمه کردن ذرات  $ZrO_2$  را محدود کرده است. ویسکر  $SiC$  نیز به دلیل خطرات ناشی از بیماری‌زا بودن آنها پیشنهاد نمی‌شود [۱۹]. همچنین، تخریب و شکسته شدن فیبرهای کربنی، ویژگی‌های این کامپوزیت‌ها را تحت تأثیر قرار می‌دهد. گرافیت به واسطه استحکام زیاد، دمای ذوب بالا، ساختار لایه‌ای و به تبع آن ویژگی روانسازی، مقاومت به شوک گرمایی خوب و چقرمگی شکست بالای آن، یک ماده جذاب برای کاربردهای دما بالا است [۲۰]. پژوهشگران ثابت کرده‌اند که چقرمگی شکست سرامیک‌های  $ZrB_2-SiC$  با افزودن گرافیت ورقه‌ای که نسبت طول به عرض بالایی دارد، بیشتر بهبود می‌یابد. همچنین، افزودن گرافیت به این کامپوزیت در مقایسه با کامپوزیت بدون افزودنی می‌تواند از استحکام خمشی آن به میزان ۳۰۰ مگاپاسکال بکاهد [۳ و ۲۱]. اما در مقابل، کامپوزیت  $ZrB_2-SiC-graphite$  در دمای ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز استحکام خود را می‌تواند تا ۱۲۰ مگاپاسکال حفظ کند [۲۲]. در این پژوهش، تأثیر افزودن مقادیر مختلف نانو گرافیت بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌های  $ZrB_2-SiC$  که به روش

چگالش کامل دی‌بورید زیرکونیم - بدون اعمال فشار بیرونی به هنگام فرآیند تفجوشی - دشوار است زیرا این ماده پیوند اشتراکی قوی و ضریب نفوذ در خود پایینی دارد و همچنین رشد ناهمسانگرد دانه و حبس شدن تخلخل‌های ناشی از ساختار بلوری هگزاگونال، چگالش ماده را با چالش روبرو می‌سازد [۸-۹]. نیاز به سرامیک‌های  $ZrB_2$  چگال برای نخستین بار در سازه‌های هسته‌ای با مقاطع جذب نوترون بالا احساس شد و سپس با گسترش پژوهش درباره چگال شدن این ماده به برنامه‌های هوافضایی راه یافت زیرا چگالی پایین، موجب افت خواص ترمومکانیکی می‌شود [۱۰]. در پژوهش‌های پیشین نشان داده شد که  $ZrB_2$  بدون افزودنی تنها به روش پرس گرم در دمای ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد با فشار ۲۰ تا ۳۰ مگاپاسکال یا در دماهای پایین‌تر (۱۷۹۰ تا ۱۸۴۰ درجه سانتی‌گراد) با فشار بسیار بالا (۸۰۰ تا ۱۵۰۰ مگاپاسکال) چگال می‌شود [۱۱]. در سال‌های اخیر، تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای نیز برای ساخت سرامیک‌های  $ZrB_2-SiC$  به کار گرفته شده است که با یک جریان پالسی DC و در پی بهبود سینتیک تفجوشی، منجر به تولید نمونه‌های چگال می‌شود [۱۲-۱۳]. اگرچه  $ZrB_2$  چگال مزایای بسیاری دارد، اما ویژگی‌های ذاتی آن مانند چقرمگی شکست پایین (شکست زود هنگام به علت شکست ترد) و مقاومت اندک به اکسایش دما بالای آن هنوز نیز از محدودیت‌های بزرگ برای استفاده گسترده آن است [۳ و ۱۴].

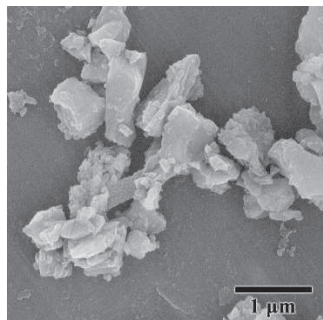
یکی از روش‌های غلبه بر مشکلات تولید سرامیک‌های پایه  $ZrB_2$  اصلاح ساختار و ترکیب (برای نمونه کامپوزیت  $ZrB_2$  و  $SiC$ ) است، به گونه‌ای که هم‌زمان با افزایش



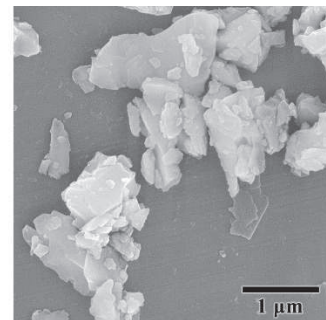
مجموعه  $ZrB_2-SiC$  اضافه شد. بدین منظور، پودرهای مواد اولیه نخست به صورت مجزا در اتانول به مدت ۶۰ دقیقه به روش فراصوتی پراکنده شدند و سپس اختلاط آنها با یکدیگر به مدت ۳۰ دقیقه به همان روش به انجام رسید. مخلوط پودر تهیه شده، روی یک هیتر مجهز به همزن مغناطیسی قرار داده شد و پس از تبخیر اتانول، در یک کوره خشک کن ساده برای خشک شدن کامل استقرار یافت. مخلوط پودر خشک شده، پس از خردایش از الک با مش ۱۰۰ عبور داده شد. سرانجام پودرهای آماده شده درون قالب گرافیتی پوشیده شده با فویل گرافیت، ریخته شد و فرآیند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای در یک کوره پرس گرم تحت خلاء (مدل SPS-20T-10) ساخت چین انجام گرفت. تفجوشی و چگالش همه نمونه‌ها در دمای نهایی ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان ۷ دقیقه و با اعمال فشار ۴۰ مگاپاسکال به انجام رسید.



پ



ب



الف

شکل ۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مواد اولیه: (الف) دی‌بورید زیرکونیم، (ب) کاربید سیلیسیم و (پ) گرافیت.

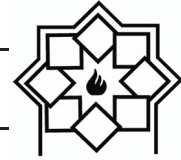
کامپوزیت‌ها به روش ارشمیدس و در محیط آب مقطر اندازه‌گیری شد. چگالی نظری نمونه‌ها نیز از روی قانون مخلوطها با توجه به درصد حجمی اجزای سازنده هر

تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای ساخته شده است، بررسی خواهد شد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش، از پودر  $ZrB_2$  (اندازه ذرات کمتر از ۲ میکرومتر و خلوص ۹۹/۹ درصد)، پودر  $SiC$  (اندازه ذرات کمتر از ۵۰۰ نانومتر و خلوص ۹۹ درصد) و نانو ورقه گرافیت (ضخامت کمتر از ۱۰۰ نانومتر و خلوص ۹۹/۵ درصد) خریداری شده از شرکت Xuzhou Hongwu به عنوان مواد اولیه استفاده شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از این پودرها در شکل ۱ به نمایش درآمده است. پودرها بر اساس ترکیب‌های از پیش تعیین شده برای نمونه‌های کامپوزیتی، توزین و همگن‌سازی شدند. در همه نمونه‌های کامپوزیتی با زمینه  $ZrB_2$ ، ۲۵ درصد حجمی فاز تقویت کننده  $SiC$  افزوده شد. همچنین افزودنی نانو گرافیت در مقادیر گوناگون ۰، ۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ درصد وزنی به

پس از پایان فرآیند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای، لایه‌های گرافیت روی سطوح نمونه‌ها با سنگ الماسه حذف و سپس نمونه‌ها با استفاده از سنباده پرداخت شدند. چگالی بالک



الکترونی روبشی (مدل Tescan Mira3) ساخت جمهوری چک FESEM مورد بررسی قرار گرفت. آنالیز شیمیایی عنصری نیز به روش طیف‌سنجی پراکندگی انرژی با پردازشگر پرتو ایکس (DXP-X10P) انجام شد.

### ۳- نتایج و بحث

چگالی نسبی هر ماده، یکی از شاخص‌های تعیین کننده خواص مکانیکی (از جمله سختی، چقرمگی و استحکام خمشی) آن ماده است. برای نمونه، تخلخل‌های موجود در یک نمونه، هیچ گونه مقاومتی در برابر فشار وارده ناشی از فرو رونده ویکرز از خود نشان نمی‌دهند و از این رو، تغییر شکل در سطح قطعه در معرض آزمون سختی‌سنجی، آسان تر رخ می‌دهد و عدد سختی کمتری گزارش می‌شود. از همین رو، سختی کامپوزیت‌های دارای تخلخل بالا، پایین تر از کامپوزیت‌های چگال است. نمودار چگالی نسبی نمونه‌های کامپوزیتی  $ZrB_2-SiC$  بر حسب میزان نانو گرافیت افزوده شده در شکل ۲ به نمایش درآمده است. همان گونه که در این شکل دیده می‌شود، به جز نمونه دارای ۱۰ درصد وزنی که آن نیز کمتر از ۲ درصد تخلخل دارد، همه نمونه‌های دیگر به چگالی نسبی ۱۰۰ درصد نزدیک شده‌اند. بنابراین به نظر می‌رسد که افزودن نانو گرافیت در شرایط فرآوری پژوهش کنونی، تاثیر چندانی مشهودی بر چگالش این کامپوزیت‌ها نداشته باشد. هر چند افزودن ۵ درصد وزنی نانو گرافیت، چگالی را به سبب تشکیل فازهای درجای با چگالی ذاتی بیشتر که مهم‌ترین آنها فاز  $ZrC$  با چگالی نظری  $6/7$  گرم بر سانتی‌متر مکعب و چگال‌تر از هر سه پودر  $SiC$ ،  $ZrB_2$  و گرافیت است،

کامپوزیت برآورد شد. از حاصل تقسیم چگالی بالک بر چگالی نظری هر نمونه، چگالی نسبی آن نمونه به دست آمد. سختی نمونه‌ها با استفاده از یک دستگاه سختی‌سنجی ویکرز ساخت شرکت کوپا پژوهش (مدل KM2/01-92123) و با اعمال نیروی ۵ کیلوگرم به مدت ۱۵ ثانیه (با میانگین ۵ تکرار) به دست آمد. چقرمگی شکست نمونه‌ها از راه اندازه‌گیری مستقیم طول ترک‌های ناشی از فرو رونده ویکرز و با فرمول پیشنهادی توسط انستیس و همکاران (رابطه ۱) تعیین شد. در این رابطه،  $E$  ضریب کشسانی،  $H_v$  سختی ویکرز،  $L$  نیروی فرو رونده و  $C$  میانگین نصف طول ترک ایجاد شده است. طول ترک‌ها با استفاده از یک میکروسکوپ نوری (مدل Nikon Eclipse MA100) اندازه‌گیری شد.

$$K_{IC} = (0.016 \pm 0.004) \left( \frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \left( \frac{L}{C^3/2} \right) \quad (1)$$

ضریب کشسانی نیز توسط فرمول پیشنهاد شده از سوی نیلسن و همکاران (رابطه ۲) تخمین زده شد. در این رابطه،  $E_0$  ضریب کشسانی نظری یک کامپوزیت فرضی صد درصد چگال است که به کمک قانون مخلوط‌ها برآورد شده است. ضریب کشسانی  $ZrB_2$ ،  $SiC$  و گرافیت به ترتیب ۵۰۰، ۴۱۰ و ۱۵ گیگاپاسکال در نظر گرفته شد. همچنین  $P$  نشان دهنده درصد حجمی تخلخل‌ها و  $\rho$  ضریب شکل نیلسن (برابر  $0/4$ ) فرض شده است.

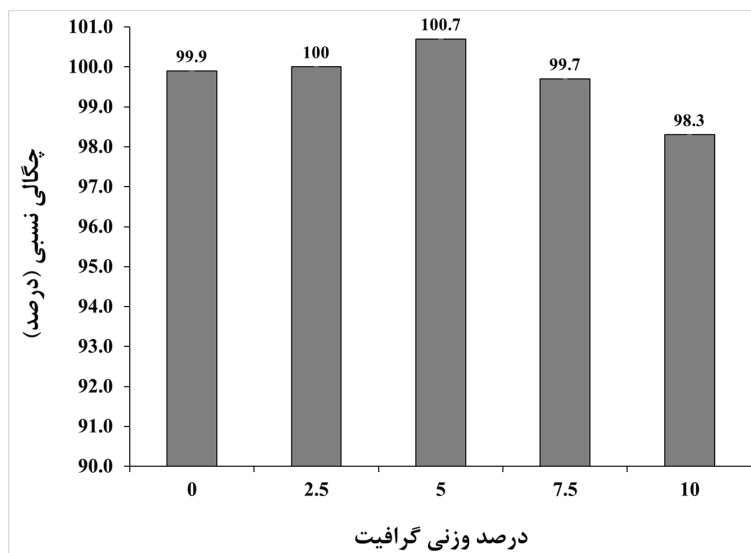
$$E = E_0 \frac{(1-P)^2}{1 + \frac{P}{\rho-1}} \quad (2)$$

ریزساختار سطوح شکست و پرداخت شده نمونه‌های تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای شده به کمک میکروسکوپ



عنوان منبع کربنی) با ناخالصی‌های اکسیدی روی سطح ذرات پودر  $ZrB_2$  تشکیل شده است. جزییات بیشتر و دقیق‌تر در این ارتباط در قالب یک مقاله جداگانه ارایه شده است [۲۳].

اندکی افزایش می‌دهد ولی مقادیر بالاتر این افزودنی موجب افت میزان چگالش می‌شود که دلیل آن را می‌توان به آگلومره شدن ورقه‌های گرافیتی نسبت داد. شایان ذکر است که فاز  $ZrC$  در پی واکنش شیمیایی افزودنی گرافیت (به



شکل ۲- چگالی نسبی نمونه‌های کامپوزیتی بر حسب میزان نانو گرافیت افزوده شده.

گرم ساخته شده بود، چگالی نسبی  $93/2$  درصد و سختی ویکرز  $13/1$  گیگاپاسکال گزارش شده است [۲۴]. با همین مقایسه می‌توان به اهمیت دستیابی به چگالی کامل در کامپوزیت‌ها و تاثیر آن روی مقدار سختی پی برد. همچنین مقدار سختی نمونه چگال و دارای  $5$  درصد وزنی نانو گرافیت، برابر  $16/6$  گیگاپاسکال اندازه‌گیری شد که کمابیش با عدد سختی گزارش شده ( $16/5$  گیگاپاسکال [۲۴]) برای یک نمونه مشابه کامپوزیت چگال پرس گرم شده یکسان است. همان گونه که در نمودار شکل ۴ دیده می‌شود، سختی کامپوزیت‌ها با افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت، تقریباً به صورت خطی کاهش می‌یابد. با توجه به اینکه همه نمونه‌های کامپوزیتی کمابیش به چگالی نسبی

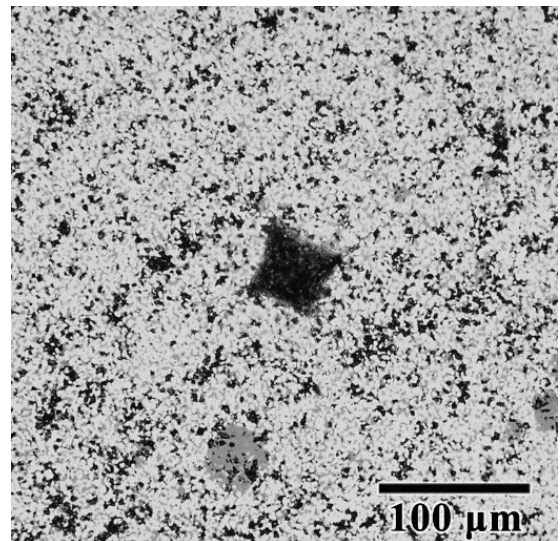
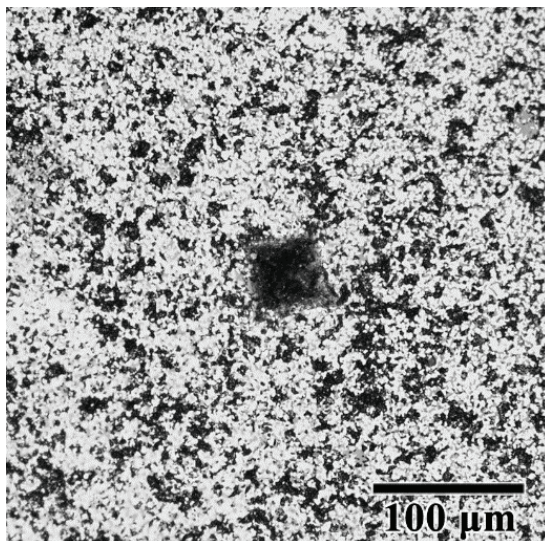
شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ نوری از محل اثر فرو رونده ویکرز در آزمون سختی‌سنجی با نیروی  $5$  کیلوگرمی بر نمونه‌های کامپوزیتی فاقد افزودنی و دارای  $2/5$  درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت را نشان می‌دهد. در شکل ۴ نیز، عدد سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی به عنوان تابعی از مقدار نانو گرافیت افزوده شده به نمایش درآمده است که از  $19/5$  گیگاپاسکال برای نمونه فاقد افزودنی نانو گرافیت تا  $12/1$  گیگاپاسکال برای نمونه دارای  $10$  درصد وزنی نانو گرافیت در تغییر است. در این پژوهش، سختی کامپوزیت چگال و فاقد افزودنی به  $19/5$  گیگاپاسکال رسید که در قیاس با سایر نمونه‌ها بیشترین عدد سختی را دارد. در یک پژوهش دیگر درباره کامپوزیتی با ترکیب مشابه که به روش پرس



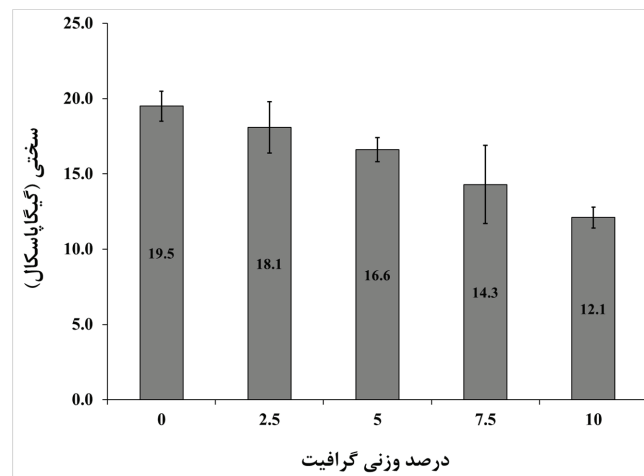
گرم ساخته شده بود، چگالی نسبی  $93/2$  درصد و سختی ویکرز  $13/1$  گیگاپاسکال گزارش شده است [24]. با همین مقایسه می‌توان به اهمیت دستیابی به چگالی کامل در کامپوزیت‌ها و تأثیر آن روی مقدار سختی پی برد. همچنین مقدار سختی نمونه چگال و دارای  $5$  درصد وزنی نانو گرافیت، برابر  $16/6$  گیگاپاسکال اندازه‌گیری شد که کمابیش با عدد سختی گزارش شده ( $16/5$  گیگاپاسکال [24]) برای یک نمونه مشابه کامپوزیت چگال پرس گرم شده یکسان است. همان گونه که در نمودار شکل 4 دیده می‌شود، سختی کامپوزیت‌ها با افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت، تقریباً به صورت خطی کاهش می‌یابد. با توجه به اینکه همه نمونه‌های کامپوزیتی کمابیش به چگالی نسبی کامل رسیده‌اند، کاهش در مقدار سختی را می‌توان به افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت که ذاتاً ماده‌ای نرم است، نسبت داد.

کامل رسیده‌اند، کاهش در مقدار سختی را می‌توان به افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت که ذاتاً ماده‌ای نرم است، نسبت داد.

شکل 3 تصاویر میکروسکوپ نوری از محل اثر فرو رونده ویکرز در آزمون سختی‌سنجی با نیروی  $5$  کیلوگرمی بر نمونه‌های کامپوزیتی فاقد افزودنی و دارای  $2/5$  درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت را نشان می‌دهد. در شکل 4 نیز، عدد سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی به عنوان تابعی از مقدار نانو گرافیت افزوده شده به نمایش درآمده است که از  $19/5$  گیگاپاسکال برای نمونه فاقد افزودنی نانو گرافیت تا  $12/1$  گیگاپاسکال برای نمونه دارای  $10$  درصد وزنی نانو گرافیت در تغییر است. در این پژوهش، سختی کامپوزیت چگال و فاقد افزودنی به  $19/5$  گیگاپاسکال رسید که در قیاس با سایر نمونه‌ها بیشترین عدد سختی را دارد. در یک پژوهش دیگر درباره کامپوزیتی با ترکیب مشابه که به روش پرس

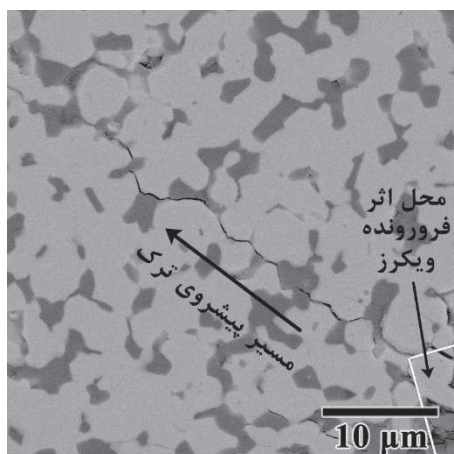


شکل 3- تصاویر میکروسکوپ نوری از محل اثر فرو رونده ویکرز برای سختی‌سنجی نمونه‌های کامپوزیتی (الف) فاقد افزودنی نانو گرافیت و (ب) دارای  $2/5$  درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت.



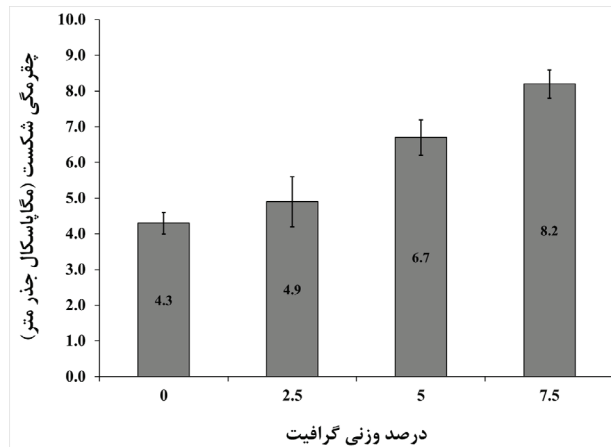
شکل ۴- سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی بر حسب میزان نانو گرافیت افزوده شده.

گرافیت افزایش می‌یابد به طوری که برای نمونه دارای ۷/۵ درصد وزنی نانو گرافیت به مقدار بیشینه ۸/۲ مگاپاسکال جذر متر می‌رسد. البته شایان ذکر است که در این پژوهش، امکان اندازه‌گیری چقرمگی شکست برای نمونه دارای ۱۰ درصد وزنی نانو گرافیت فراهم نشد، زیرا به سبب وجود بیش از حد نانو ورقه‌های گرافیتی در ریزساختار نمونه، طول ترک‌های ناشی از فرو رونده ویکرز به آسانی قابل شناسایی و اندازه‌گیری نبود.



شکل ۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ترک ایجاد شده در گوشه اثر ناشی از فرو رونده ویکرز در نمونه کامپوزیتی فاقد افزودنی نانو گرافیت.

یکی از ترک‌های ایجاد شده در گوشه اثر ناشی از فرو رونده ویکرز در تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داده شده در شکل ۵ برای نمونه کامپوزیتی فاقد افزودنی نانو گرافیت به نمایش درآمده است. مقادیر برآورد شده برای چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی بر پایه رابطه انستیس نیز در شکل ۶ نمایش شده است. همان گونه که در این نمودار دیده می‌شود، چقرمگی شکست نمونه چگال فاقد افزودنی نانو گرافیت برابر ۴/۳ مگاپاسکال جذر متر است. عدد گزارش شده برای یک نمونه کامپوزیتی مشابه که به روش پرس گرم تفجوشی شده و به چگالی نسبی ۹۳/۲ درصد رسیده است، برابر ۳/۸ مگاپاسکال جذر متر به دست آمد. با این مقایسه، اثر منفی تخلخل زیاد روی چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی نیز آشکار می‌شود. به طور کلی، افزودن SiC به سرامیک‌های پایه  $ZrB_2$  نه تنها باعث بهبود چگالی و سختی می‌شود، بلکه روی مقدار چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها نیز سودمند است. همان گونه که به روشنی در نمودار شکل ۶ دیده می‌شود، عدد چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش درصد وزنی نانو



شکل ۶- چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی بر حسب میزان نانو گرافیت افزوده شده

فازهای ثانویه موجود در یک ماده کامپوزیتی منجر به انحراف ترک می‌شود. هر چه شمار و زاویه انحراف بیشتر باشد - که به دلیل تنوع فازهای ثانویه در نمونه‌های تقویت شده با نانو ورقه‌های گرافیتی احتمال بیشتری دارد - نمونه کامپوزیتی به چقرمگی شکست بالاتری دست خواهد یافت. فازهای ثانویه نه تنها ممکن است از آغاز به مخلوط پودر افزوده شده باشد، بلکه امکان دارد که به هنگام فرآیند تفجوشی به صورت درجا در نمونه کامپوزیتی به وجود آیند. افزون بر انحراف ترک، سازوکارهای چقرمه‌سازی دیگری همچون پل زدن ترک، انشعاب ترک و شکسته شدن ذرات SiC بزرگ نیز در نمونه‌های کامپوزیتی دیده می‌شود. بنابراین، افزایش مقدار چقرمگی شکست کامپوزیت‌های تقویت شده با نانو ورقه‌های گرافیت را می‌توان به فعال شدن سازوکارهای یاد شده نسبت داد. پدیده انحراف ترک به خوبی در شکل ۷-الف نمایان است و ترک به مجرد اینکه به فاز کاربرد سیلیسیم می‌رسد، مسیر حرکت خود را تغییر داده است. انشعاب ترک نیز آشکارا در نمونه کامپوزیتی تقویت شده با نانو گرافیت (شکل ۷-ب) دیده می‌شود که ناشی از برهم‌کنش ترک با فاز نرم گرافیت است. بهبود

افزایش چشمگیر در مقدار چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی را می‌توان به تأثیر هم‌افزاینده حضور هم‌زمان فازهای کاربرد سیلیسیم با اندازه زیر میکرونی و نانو ورقه‌های گرافیتی نسبت داد. شایان ذکر است که افزون بر اینها، به کار بردن نانو گرافیت موجب تشکیل فازهای درجای جدیدی همچون کاربرد زیرکونیم و کاربرد بور نیز در ریزساختار نهایی کامپوزیت‌ها می‌شود. این فازهای جدید بر اثر احیای ناخالصی‌های اکسیدی حاضر در سطح ذرات دی‌بورید زیرکونیم، همچون اکسید زیرکونیم (زیرکونیا) و اکسید بور (بوریا) پدیدار شده‌اند.

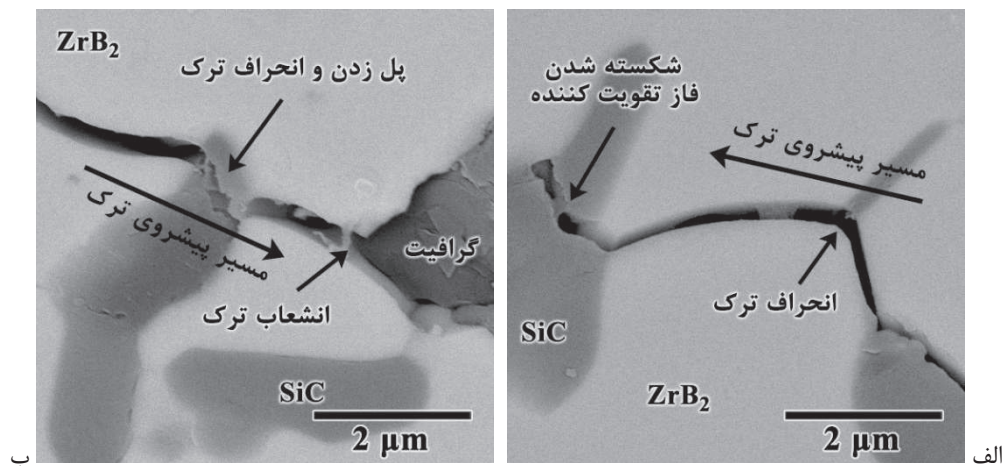
تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیر ترک ناشی از فرو رونده ویکرز در سطح پولیش شده نمونه‌های کامپوزیتی فاقد افزودنی نانو گرافیت و دارای ۷/۵ درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت در شکل ۷ نشان داده شده‌اند. به طور کلی، مسیر گسترش ترک هر چه دارای پیچ و خم‌های بیشتری باشد، نمونه مربوطه دارای چقرمگی شکست بیشتری خواهد بود. در واقع، پر پیچ و خم بودن مسیر پیشروی ترک یک شاخص کیفی از جذب بیشتر انرژی ترک به هنگام گسترش آن است. برهم‌کنش ترک‌های ناشی از فرو رونده ویکرز با



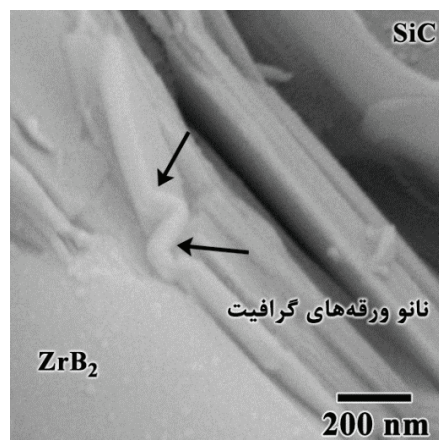


ناسازگاری خواص ترمومکانیکی فازهای مختلف موجود در فصل مشترک کامپوزیت به هنگام پیشروی ترک است. در واقع به دلیل وجود اختلاف در مقادیر ضرایب انبساط گرمایی و مدول‌های کشسان اجزای مختلف کامپوزیت (شامل مواد اولیه به کار رفته در مخلوط پودر و فازهای درجای جدید تشکیل شده به هنگام فرآیند تفجوشی کامپوزیت)، پدیدار شدن تنش‌های پسماند اجتناب ناپذیر است. در شکل ۸، بروز تنش‌های پسماند در اطراف نانو ورقه‌های گرافیت را می‌توان از روی طرح کرنش ایجاد شده در آنها تشخیص داد.

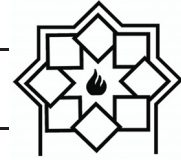
چقرمگی شکست نمونه‌های گرافیت‌دار را می‌توان به نسبت ظاهری بالای نانو ورقه‌های گرافیت و سستی پیوند میان لایه‌های آن با دیگر فازها نیز نسبت داد که شانس وقوع انحراف‌ها و انشعاب‌های ترک را افزایش می‌دهد. افزون بر موارد گفته شده، وقوع سازوکار بیرون زدن نانو ورقه‌های گرافیت نیز در سطح مقطع شکست کامپوزیت تقویت شده با ۵ درصد وزنی نانو گرافیت نمایان است (شکل ۸). رخ دادن این پدیده، نشان دهنده برهم‌کنش میان ترک‌ها با ریزساختار ماده به واسطه تنش‌های پسماند ناشی از



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیر ترک ناشی از فرو رونده ویکرز در سطح پولیش شده نمونه‌های کامپوزیتی (الف) فاقد افزودنی نانو گرافیت و (ب) دارای ۷/۵ درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت.



شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع شکست نمونه کامپوزیتی دارای ۵ درصد وزنی افزودنی نانو گرافیت.



- and properties of ZrB<sub>2</sub>-based ceramics," Journal of Materials Processing & Manufacturing Science, vol. 9, no. 2, pp. 156-170, 2000.
- [2] F. Monteverde, S. Guicciardi, A. Bellosi, "Advances in microstructure and mechanical properties of zirconium diboride based ceramics," Materials Science and Engineering A, vol. 346, pp. 310-319, 2003.
- [3] A. L. Chamberlain, W. G. Fahrenholtz, G.E. Hilmas, D.T. Ellerby, "High-strength zirconium diboride-based ceramics," Journal of the American Ceramic Society, vol. 87, no. 6, pp. 1170-1172, 2004.
- [4] M. Shahedi Asl, M. Ghassemi Kakroudi, "A processing-microstructure correlation in ZrB<sub>2</sub>-SiC composites hot-pressed under a load of 10 MPa," Universal Journal of Materials Science, vol. 3, no. 1, pp. 14-21, 2015.
- [5] S. Q. Guo, "Densification of ZrB<sub>2</sub>-based composites and their mechanical and physical properties: A review," Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, no. 6, pp. 995-1011, 2009.

#### ۴ - نتیجه‌گیری

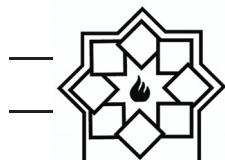
در این پژوهش، تأثیر مقدار افزودنی نانو ورقه‌های گرافیت بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌های ZrB<sub>2</sub>-SiC ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای بررسی شد. در این راستا، کامپوزیت فاقد افزودنی گرافیت و کامپوزیت‌های تقویت شده با نانو ورقه‌های گرافیتی به میزان ۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ درصد وزنی به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان ۷ دقیقه با فشار ۴۰ مگاپاسکال در شرایط خلاء ساخته شدند. با افزایش میزان افزودنی نانو گرافیت از ۰ تا ۱۰ درصد وزنی، به دلیل نرم بودن ذاتی این نانو ماده، سختی کامپوزیت از ۱۹/۵ گیگاپاسکال به ۱۲/۱ گیگاپاسکال کاهش یافت. با این وجود چقرمگی شکست از ۴/۳ مگاپاسکال جذر متر برای نمونه تقویت نشده تا ۸/۲ مگاپاسکال جذر متر برای کامپوزیت تقویت شده با ۷/۵ درصد وزنی نانو گرافیت ارتقا یافت که به فعال شدن سازوکارهای گوناگون چقرمه شدن در این کامپوزیت‌ها نسبت داده شد.

#### ۵ - تقدیر و تشکر

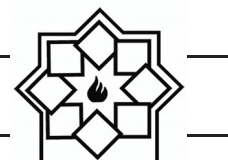
این پژوهش با حمایت مالی دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی طبق قرارداد شماره ۶۹۲۲ مورخ ۹۶/۴/۳ به انجام رسیده است.

#### مراجع

- [1] A. Bellosi, F. Monteverde, D.D. Fabbriche, C. Melandri, "Microstructure



- [11] D. Kalish, E.V. Clougherty, K. Kreder, "Strength, fracture mode, and thermal stress resistance of HfB<sub>2</sub> and ZrB<sub>2</sub>," *Journal of the American society*, vol. 52, no. 1, pp. 30-36, 1969.
- [12] M. Shahedi Asl, Z. Ahmadi, S. Parvizi, Z. Balak, I. Farahbakhsh, "Contribution of SiC particle size and spark plasma sintering conditions on grain growth and hardness of TiB<sub>2</sub> composites," *Ceramics International*, p. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.07.121>, 2017.
- [13] Balbo, D. Sciti, "Spark plasma sintering and hot pressing of ZrB<sub>2</sub>-MoSi<sub>2</sub> ultra-high-temperature ceramics," *Materials Science and Engineering A*, vol. 475, p. 108-112, 2008.
- [14] W. M. Guo, G. J. Zhang, Y. M. Kan, P. L. Wang, "Oxidation of ZrB<sub>2</sub> powder in the temperature range of 650-800 C," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 471, pp. 502-506, 2009.
- [15] D. J. Chen, W. J. Li, X. H. Zhang, P. Hu, J.C. Han, C.Q. Hong, W.B. Han, "Microstructural feature and thermal shock behavior of hot-pressed ZrB<sub>2</sub>-
- [6] M. Shahedi Asl, M. Ghassemi Kakroudi, B. Nayebi, "A fractographical approach to the sintering process in porous ZrB<sub>2</sub>-B<sub>4</sub>C binary composites," *Ceram. Int*, vol. 41, p. 379-387, 2015.
- [7] S. M. Zhu, W.G. Fahrenholtz, G.E. Hilmas, "Enhanced densification and mechanical properties of ZrB<sub>2</sub>-SiC processed by a preceramic polymer coating route," *Scripta Materialia*, vol. 59, p. 123-126, 2008.
- [8] S. Zhu, W. G. Farenholtz, G. E. Hilmas, Sh. C. Zhang, "Pressureless Sintering of Zirconium Diboride Using Boron Carbide and Carbon Additions," *Journal of American Ceramic Society*, vol. 90, pp. 3660-3663, 2007.
- [9] W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, "Refractory Diborides of Zirconium and Hafnium," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 90, no. 5, pp. 1347-1364, 2007.
- [10] F. Monteverde, "Ultra-high temperature HfB<sub>2</sub>-SiC ceramics consolidated by hot-pressing and spark plasma sintering," *Journal of alloys and compounds*, vol. 428, pp. 197-205, 2007.



- polycrystalline graphite: the role in mixed mode fracture," *Carbon*, vol. 37, pp. 1633-1639, 1999.
- [21] Rezaie, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, "Effect of hot pressing time and temperature on the microstructure and mechanical properties of ZrB<sub>2</sub>-SiC," *Journal of Materials Science*, vol. 42, pp. 2735-2744, 2007.
- [22] S. Zhou, Z. Wang, W. Zhang, "Effect of graphite flake orientation on microstructure and mechanical properties of ZrB<sub>2</sub>-SiC-graphite composite," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 485, p. 181-185, 2009.
- [23] ز. احمدی، م. جابری زمهریر، م. شاهدی اصل، س. پرویزی، «تأثیر افزودنی نانو گرافیت بر رفتار چگالش کامپوزیت‌های دی‌بورید زیرکونیم-کاربید سیلیسیم ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای»، فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، پذیرفته شده (۱۳۹۶).
- [24] M. Shahedi Asl, M. Ghassemi Kakroudi, R. Abedi Kondolaji, H. Nasiri, "Influence of graphite nano-flakes on densification and mechanical properties of hot-pressed ZrB<sub>2</sub>-SiC composite," *Ceramics International*, vol. 41, p. 5843-5851, 2015.
- SiC-ZrO<sub>2</sub> composite," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 116, pp. 348-352, 2009.
- [16] S. Y. Du, L. Xu, X. H. Zhang, P. Hu, W.B. Han, "Effect of sintering temperature and holding time on the microstructure and mechanical properties of ZrB<sub>2</sub>-SiCw composites," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 116, pp. 76-80, 2009.
- [17] F. Y. Yang, X. H. Zhang, J. C. Han, S. Y. Du, "Mechanical properties of short carbon fiber reinforced ZrB<sub>2</sub>-SiC ceramic matrix composites," *Materials Letters*, vol. 62, pp. 2925-2927, 2008.
- [18] X. Zhang, Z. Wang, X. Sun, W. Han, C. Hong, "Effect of graphite flake on the mechanical properties of hot pressed ZrB<sub>2</sub>-SiC ceramics," *Materials Letters*, vol. 62, p. 4360-4362, 2008.
- [19] R. Barea, M. Belmonte, I. Osendi, P. Miranzo, "Thermal conductivity of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC platelet composites," *Journal of European Ceramic Society*, vol. 23, pp. 1773-1778, 2003.
- [20] M. Li, M. Tsujimura, M. Sakai, "Crack-face grain interlocking/bridging of a