



ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت NiO/YSZ به روش پرس سرد-تفجوشی

مریم اکبری^۱، عسل حسینی منزه^{۲*}، نادر پروین^۳، خسرو رحمانی^۱

^۱ دانشکده مهندسی مکانیک و انرژی، پردیس فنی و مهندسی شهید عباسپور، دانشگاه شهید بهشتی، تهران، ایران
^۲ دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

تاریخچه داوری:

دریافت: ۱۳۹۷/۱۲/۰۵
بازنگری: ۱۳۹۸/۰۵/۱۰
پذیرش: ۱۳۹۸/۰۶/۳۱
ارائه آنلاین: ۱۳۹۸/۰۸/۲۳

کلمات کلیدی:

کامپوزیت زمینه سرامیکی
پرس-تفجوشی
ریزساختار
راديوگرافي
ریزسختی

خلاصه: در بین فرآیندهای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، استفاده از روش پرس سرد-تفجوشی با توجه به هزینه اندک، بازده بالا و قابلیت تولید قطعات با دقت ابعادی مناسب، مورد توجه است. از نکات منفی این روش، بکارگیری حداقل دو جزء محلول پایه الکلی در فرآیند تولید می‌باشد، چراکه حذف محلول‌ها همراه با صرف انرژی و افزایش احتمال بروز ترک است. بنابراین در پژوهش حاضر تنها با استفاده از یک جزء محلول (پلی‌وینیل‌الکل)، کامپوزیت سرامیک/سرامیک با روش نسبتاً خشک ساخته شد. نمونه‌های کامپوزیتی NiO-YSZ با درصد‌های وزنی ۲۵، ۳۰ و ۳۵ از جزء تقویت‌کننده (ایتریا پایدار شده با زیرکونیا) در فشار ۱۱۰ مگاپاسکال فشرده شده و قطعات نهایی در فرآیند تفجوشی در دمای ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت تولید گردید. در ادامه ساختار نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ نوری، میکروسکوپ الکترونی روبشی و رادیوگرافی مطالعه گردیده و تحلیل بیشتر ریزساختاری با استفاده از نرم افزارهای پردازش تصویر صورت گرفته است. همچنین چگالی نمونه‌های تفجوشی شده با استفاده از روش ارشمیدوس محاسبه گردیده است. بررسی‌های ریزساختاری حاکی از آن است که میزان تخلخل، کیفیت سطحی و تغییر ریزساختار لایه‌ها تابع درصد وزنی تقویت‌کننده است. در سطح نمونه‌های خام ترک عمیق مشاهده نگردیده و در نمونه‌های تفجوشی شده، ۳۰ درصد تقویت‌کننده، بهترین توزیع فاز گازی را بدون حضور ترک عمیق نشان می‌دهد. همچنین، بررسی ریزسختی قرص‌ها نشان می‌دهد که کامپوزیت با ۳۰ درصد تقویت‌کننده، بالاترین سختی را داراست. لذا به نظر می‌رسد در بین کامپوزیت‌هایی با ۲۵ تا ۳۵ درصد تقویت‌کننده، کامپوزیتی با ۳۰ درصد تقویت‌کننده، نمونه بهینه است.

۱- مقدمه

اجزای این کامپوزیت‌ها می‌توانند جایگزین اجزا و ترکیبات فلزی در دماهای کارکرد بالا شوند. جایگزینی فوق منجر به کاهش وزن، افزایش انرژی و افزایش طول عمر کاری قطعه خواهد گردید. همچنین با افزایش کاربردها، فرآیندهای طراحی و تولید نیز گسترش خواهد یافت [۲].

علی‌رغم مزایای ذکر شده، این دسته از مواد همانند سایر سیستم‌های مهندسی شده، دارای عیوبی هستند. یکی از معایب این دسته از کامپوزیت‌ها، پایین بودن استحکام ذاتی به دلیل حضور فاز گازی است. فاز گازی ترکیبی از ترک و تخلخل است. هرچند وجود ترک در تمامی قطعات و کاربردها به ویژه از دیدگاه بارگذاری‌های مکانیکی مضر است؛ اما ماهیت مخرب تخلخل تابع شرایط کاری است. به عبارت دیگر در بسیاری از موارد، همانند فیلترها و آندهای پیل سوختی، وجود تخلخل لازم بوده و میزان بازده تابع درصد بهینه‌ای از تخلخل است [۵ و ۶]؛ به گونه‌ای که مقدار و نحوه توزیع تخلخل و ترک تابع فرآیند ساخت است [۷].

پایداری در درجه حرارت بالا، چگالی اندک، سختی بالا و مقاومت به خوردگی و سایش در سرامیک‌ها، سبب شده است که این دسته از مواد، گزینه مناسبی برای کاربردهایی با شرایط کاری منحصربه‌فرد باشند. هرچند استفاده از سرامیک‌ها به‌تنهایی (بدون ترکیب شدن با مواد دیگر)، دارای محدودیت‌هایی است که، اغلب ناشی از رفتار شکست ترد این دسته از مواد می‌باشد [۳-۱]. لذا به‌منظور استفاده بهینه از مواد سرامیکی، از فرآیند کامپوزیت کردن استفاده می‌شود [۴]. کامپوزیت‌های سرامیکی به دو دسته اکسیدی و غیراکسیدی تقسیم می‌شود.

هرچند از سرامیک‌های اکسیدی در دمای کاری پایین‌تر استفاده می‌گردد؛ اما ساخت کامپوزیت از این دسته از سرامیک‌ها آسان‌تر، ارزان‌تر و مقاومت به اکسیداسیون در این گروه از کامپوزیت‌ها بیشتر است. گفتنی است

* نویسنده عهده‌دار مکاتبات: a_hosseininimonazzah@sbu.ac.ir



ساخت کامپوزیت‌های سرامیکی بر پایه شکل‌دهی با فشار خارجی و یا شکل‌دهی بدون حضور فشار خارجی صورت می‌پذیرد [۸]. در بین روش‌های مختلف شکل‌دهی، فرآیند ریخته‌گری دوغابی^۱ که بدون حضور فشار خارجی صورت می‌گیرد؛ روشی در دسترس و ارزان‌قیمت است. در ریخته‌گری دوغابی، یک دوغاب ریخته‌گری در یک قالب متخلخل (معمولاً از جنس گچ)، ریخته شده و در زمان مناسب، خشک می‌گردد. پس از خشک شدن دوغاب، عملیات تفجوشی در دمای مناسب صورت می‌گیرد. برای ساخت صفحاتی با ضخامت کم، معمولاً یک مرحله نازک‌سازی به فرآیند اضافه می‌شود. نام این روش اصلاح‌شده، ریخته‌گری نواری^۲ است. این روش، از بسیاری از جهات، مشابه روش ریخته‌گری دوغابی بوده؛ با این تفاوت که دوغاب روی یک سطح صاف پخش می‌شود، درحالی‌که در ریخته‌گری دوغابی، از قالب استفاده می‌شود [۹]. سایر روش‌های ساخت کامپوزیت زمینه سرامیکی تحت بار خارجی با حضور پرس انجام می‌شود. در روش شکل‌دهی با فشار خارجی، اعمال فشار همراه با گرما (پرس ایزو استاتیک گرم^۳ و پرس گرم^۴) و یا در قالب دو فرآیند متوالی (پرس-تفجوشی) صورت می‌گیرد [۸]. در فرآیند پرس ایزواستاتیک گرم، قطعه معمولاً در یک محفظه با خاصیت لاستیکی (ماده‌ای که در دمای شکل‌دهی، خواص سوپر الاستیسیته از خود بروز می‌دهد) قرار گرفته و سپس در یک مخزن تحت فشار قرار می‌گیرد. قطعه ساخته شده با این روش، دارای چگالی نزدیک به چگالی تئوری بوده و دارای خواص فیزیکی بسیار مناسبی است. دو مشکل اصلی این روش که سبب محدودیت کاربرد آن شده است؛ قیمت بالا و عدم دسترسی آسان است [۱۰].

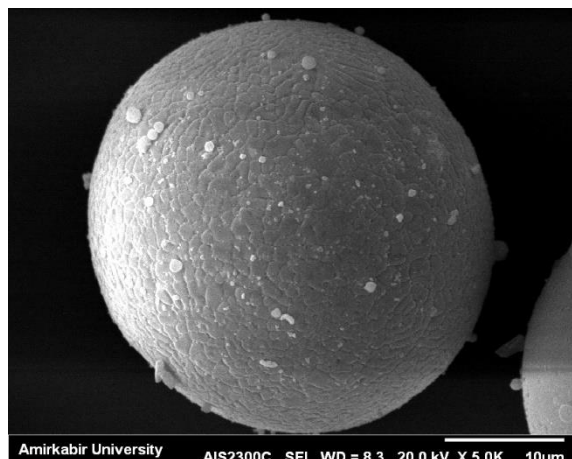
در پرس داغ، محفظه تحت پرس، توسط کوره الکتریکی یا القایی گرم شده و ماده به‌طور هم‌زمان فشرده می‌شود. این روش به اندازه پرس ایزواستاتیک دور از دسترس و گران نیست ولی به دلیل وجود سیستم گرمایی دما بالا، فرآیندی با قیمت بالا محسوب می‌شود [۸]. هرچند سه روش ذکر شده، عمده‌ترین روش‌های ساخت کامپوزیت‌های مرسوم زمینه سرامیکی هستند [۱۱]؛ اما امروزه باتوجه به کاربرد روزافزون کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی تمایل به استفاده از روش‌های جدید با دقت ابعادی بالا، هزینه مناسب و هندسه خاص افزایش یافته است. فرآیندهای ساخت افزایشی^۵ [۱۲] و پرس-تفجوشی [۱۳] دو روشی هستند که به‌ویژه در ساخت قطعات

- 1 Slurry Casting
- 2 Tape Casting
- 3 Hot Isostatic Pressing
- 4 Warm Press
- 5 Additive Manufacturing

پیشرفته متخلخل بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. هرچند در روش ساخت افزایشی امکان کنترل هندسه و توزیع تخلخل وجود دارد، اما در مقایسه با روش پرس-تفجوشی هزینه آن جهت تولید نمونه در مقیاس آزمایشگاهی بسیار بالا بوده و دور از دسترس است [۱۴ و ۱۵]. لذا تمایل به استفاده از روش پرس-تفجوشی به‌ویژه در ساخت کامپوزیت‌های متخلخل سرامیکی افزایش یافته است [۱۵]. یکی از پرکاربردترین سرامیک‌های متخلخل که به‌عنوان آند پیل سوختی اکسید جامد نیز به کار می‌رود؛ کامپوزیت اکسیدی NiO/YSZ می‌باشد [۱۶ و ۱۷]. به‌گونه‌ای که محققان در تلاشند تا با بهینه کردن پارامترهای فرآیند ساخت و یا ویژگی‌های مواد اولیه، قطعه‌ای با بهینه میزان تخلخل با استفاده از روش پرس-تفجوشی تولید نمایند [۱۸].

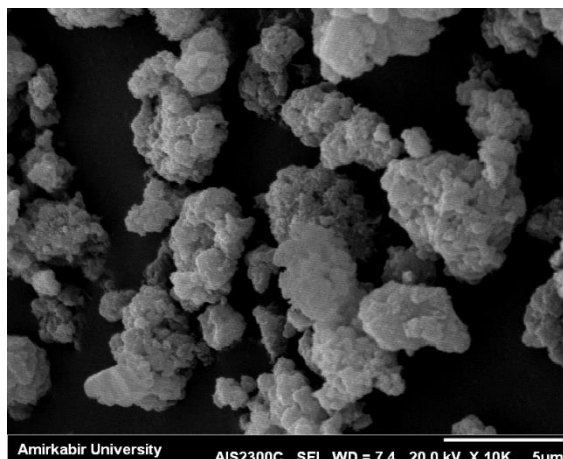
به‌عنوان مثال، بسرا و همکاران [۱۹] در پژوهش خود، با هدف ساخت زیرلایه نارسانای کامپوزیتی، از روش پرس سرد تک‌محوره در ساخت کامپوزیت NiO-YSZ، با نسبت وزنی ۶۰ به ۴۰ استفاده نمودند. در طول فرآیند خردایش و مخلوط‌سازی از محیط تر (حضور محلول)، استفاده گردیده و عامل ایجادکننده تخلخل، نشاسته در نظر گرفته شده است. نتایج حاکی از آن است که، با افزایش میزان نشاسته، میزان تخلخل نیز افزایش یافته است و نمونه‌هایی مناسب به‌عنوان زیرلایه پوشش رسانای الکترولیتی تولید گردیده است. در تحقیقی دیگر، سوزا و همکاران [۲۰]، با ساخت کامپوزیت NiO/YSZ، با درصد‌های وزنی ۵۰-۵۰، با روش پرس تک‌محوره و در حضور اجزای محلولی، کامپوزیت سرامیک-سرامیک تولید نمودند. کامپوزیت ساخته شده دارای ساختاری منظم، توزیع حفرات (تخلخل) و ارتباط بین ذره‌ای مناسب بوده است. در ادامه، تنهایی و همکاران [۲۱] نانو کامپوزیت سرامیکی فوق را با روشی مشابه و به‌ازای نسبت‌های وزنی ۶۰ به ۴۰ و ۵۰-۵۰ تولید نموده و با مشخصه‌یابی نمونه‌های تفجوشی شده، خواص آنان را مورد بررسی قرار دادند. ریزساختار قرص‌های ساخته شده در این پژوهش، دارای توزیع مناسب فاز متخلخل بوده است و رشد پودرها، به‌طور غالب، در ذرات پودر ریزتر (تقویت‌کننده) رخ داده است.

شایان ذکر است در تمامی روش‌های تولید کامپوزیت NiO-YSZ که بر پایه پرس-تفجوشی بوده است؛ حداقل از دو جزء محلولی در مراحل مختلف آماده‌سازی قطعه استفاده شده است. در صورتی‌که حضور جزء محلولی به دلیل لزوم حذف آن پیش از مرحله تفجوشی سبب بالا رفتن میزان انرژی مصرفی می‌گردد [۲۲]. علاوه بر آن حذف هر جزء محلولی همراه با خروج گاز و ایجاد ناخالصی در نمونه است و بنابراین احتمال ایجاد ترک را حین فرآیند ساخت افزایش می‌دهد [۲۳]. لذا در پژوهش حاضر با هدف دستیابی به ریزساختاری



شکل ۲: مورفولوژی پودرهای اولیه YSZ مورد استفاده در این پژوهش

Fig. 2. The morphology of YSZ raw powder used in this study



شکل ۱: مورفولوژی پودرهای اولیه اکسید نیکل مورد استفاده در این پژوهش

Fig. 1. The morphology of NiO raw powder used in this study

۱- پودر اکسید نیکل (آلفا ایسار^۱، ۱۲۳۵۹ نیکل (II) اکسید، ۹۹ درصد) با متوسط اندازه ذرات ۴۵ میکرومتر (شکل ۱).

۲- پودر ایتريای پایدار شده با زیرکونیا (۸ درصد وزنی) (متکو ۲۰۴^۲، اس^۳) با متوسط اندازه ذرات ۴۵ میکرومتر (شکل ۲).

۳- پودر نشاسته ذرت که به عنوان ایجادکننده تخلخل به مخلوط پودرهای سرامیکی اضافه گردیده است.

مخلوط کردن و خردایش نسبی پودرها توسط آسیاب مکانیکی سیاره‌ای مدل رتسچ پی‌ام ۴۰۰^۳، طی دو مرحله در محفظه زیرکونیایی صورت پذیرفت. در این دو گام، سرعت دستگاه ۲۵۰ دور در دقیقه و نسبت گلوله به پودر ثابت و ۱۰ انتخاب گردید. همچنین جهت ایجاد خردایش نسبی از گلوله‌های زیرکونیایی با اقطار مختلف (۵-۱۵ میلی‌متر) [۲۴ و ۲۵] استفاده شده است. در ادامه جزئیات مراحل فوق تشریح شده است.

مرحله اول: آسیاب و مخلوط‌سازی دو پودر اصلی NiO و YSZ به مدت ۳۰ دقیقه. هدف از انجام این مرحله، مخلوط‌سازی نسبی پودر زمینه و تقویت‌کننده و خردایش اندک (به دلیل زمان کوتاه آسیاب‌کاری)، بدون حضور افزودنی جامد و یا محلول مایع بوده است.

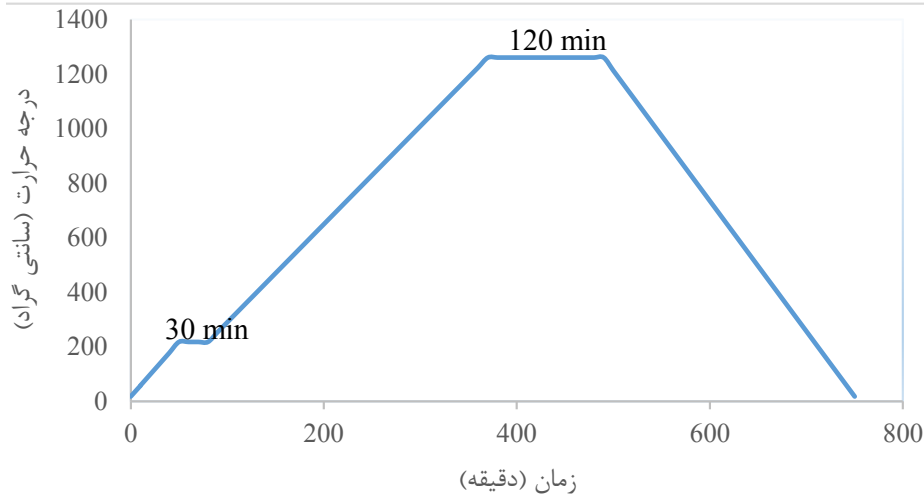
مرحله دوم: در این مرحله، نشاسته ذرت خام، که وزن آن برابر با ۵۵ درصد وزن مجموع پودرهای اصلی می‌باشد، به محصول مرحله اول اضافه گردیده و فرآیند مخلوط‌سازی به صورت خشک و بدون حضور افزودنی

با عیوب کمتر و کاهش مصرف انرژی، از حداقل میزان جزء محلولی در ساخت جهت تولید کامپوزیت‌های NiO-YSZ استفاده شده است. به عبارت دیگر نه تنها در مرحله گرانوله‌سازی اجزای دیگر محلولی حذف گردیده؛ بلکه در گام مخلوط‌سازی نیز، فرآیند کاملاً خشک انجام شده است. بنابراین با استفاده از فرآیند اختلاط پودرهای سرامیکی اکسید نیکل و ایتريای پایدار شده با زیرکونیا با درصد‌های وزنی مختلف و به‌ازای مقدار مشخصی از عامل تخلخل‌ساز (نشاسته) و جزء محلولی، کامپوزیت متخلخل سرامیکی بر پایه روش پرس خشک-تف‌جوشی ساخته شده و مشخصه‌یابی ریزساختار بر مبنای تصاویر میکروسکوپ نوری صورت گرفته است. شایان ذکر است با توجه به وابستگی میزان تخلخل به درصد وزنی فازهای زمینه، تقویت‌کننده و نشاسته، انتظار می‌رود؛ علی‌رغم ثابت بودن مقدار عامل تخلخل‌ساز، توزیع فاز گازی با تغییر درصد وزنی اجزای اصلی تغییر نماید. همچنین علاوه بر بررسی‌های ریزساختاری، جهت تعیین نقش درصد وزنی و حضور عامل تخلخل‌ساز بر رفتار مکانیکی، از آزمون ریزسختی استفاده شده است.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش کامپوزیت زمینه سرامیکی NiO-YSZ با درصد‌های وزنی مختلف (NiO - ۲۵% wt YSZ ، NiO - ۳۰% wt YSZ و NiO - ۳۵% YSZ) با استفاده از روش متالورژی پودر تولید شده است. مواد اولیه مصرفی جهت تولید کامپوزیت‌های فوق عبارتند از:

1 Alpha Aesar
2 Metco 204 NS
3 Retsch PM 400



شکل ۳: نمودار زمان-دما در فرآیند تفجوشی

Fig. 3. Time-temperature graph of sintering process

در دمای محیط به مدت ۲۴ ساعت نگه داشته شد. گام نهایی گرانول سازی، عبور مخلوط فوق از الک‌هایی با مش‌های ۱۰، ۱۲ و ۱۴ بوده است. پس از گذشت ۲۴ ساعت از گذراندن مخلوط‌ها از سرندها، به منظور ساخت قرص‌ها، محصول گرانوله شده توزین گردیده و تحت فشار پرس تک محوره (آر.ام.سی^۲، ۷۰ تن) با استفاده از قالب و سمبه فولادی، در دمای اتاق پرس گردید. جرم هر مخلوط برای ساخت دیسک، ۱/۵ گرم بوده و فشار اعمالی ۱۱۰ مگاپاسکال انتخاب شد. گفتنی است این فشار، کمینه فشار

به مدت ۳۰ دقیقه صورت گرفته است.

در گام بعدی، به منظور ایجاد چسبندگی بین ذرات سرامیکی و پلیمری، گرانول سازی پودرهای سازنده کامپوزیت با حضور محلول پایه آبی پلی‌ونیل الکل^۱ صورت پذیرفت. فرآیند تولید محلول پایه آبی ۰/۴۵ مولار، در دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸۰ دقیقه، توسط همزن مغناطیسی انجام گرفت. جهت گرانول سازی مقدار ۸ درصد وزنی اضافی از محلول پلی‌ونیل الکل به مخلوط پودرها اضافه شده و پس از مخلوط کردن دستی در کیسه‌ای سربسته

Table 1. Symbols utilized for specimens fabricated in this research

جدول ۱: نمادگذاری نمونه‌های تولید شده در این پژوهش

کد	ماده
G۲۵	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۷۵ wt.% NiO- ۲۵ wt.% YSZ
G۳۰	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۷۰ wt.% NiO- ۳۰ wt.% YSZ
G۳۵	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۶۵ wt.% NiO- ۳۵ wt.% YSZ
S۲۵	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی ۷۵ wt.% NiO- ۲۵ wt.% YSZ
S۳۰	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی ۷۰ wt.% NiO- ۳۰ wt.% YSZ
S۳۵	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی ۶۵ wt.% NiO- ۳۵ wt.% YSZ

۶۰ ثانیه و شماره سمباده ۱۰۰۰، از یک المان سطحی ثابت، عکس‌های میکروسکوپی تهیه گردید. تصاویر فوق نیز توسط نرم‌افزار کلمکس مورد بررسی قرار گرفته است. علاوه بر بررسی‌های ترک‌های سطحی، میزان عمق ترک با استفاده از آزمایش رادیوگرافی اشعه ایکس طبق استاندارد آ.اس.ام.ای^۸ مطالعه گردید. در روش فوق زمان تابش اشعه ایکس، ۶۰ ثانیه و میزان اکتیویته تابش KV ۶۰ بوده است.

در ادامه، میزان چگالی نسبی و درصد تخلخل نمونه‌های نهایی با استفاده از روش غوطه‌وری ارشمیدس، در دمای محیط (۲۳ درجه سانتی‌گراد) تعیین گردید. در نهایت، ریزسختی (سختی ویکرز) سطح نمونه‌های تف‌جوشی شده با اعمال بار ۳۰۰ گرم در مدت زمان ۱۵ ثانیه، توسط دستگاه باریس^۹، مدل وی-تست^{۱۰} تعیین گردید. این آزمایش با ایجاد سه نقطه اثر در مرکز و در دو فاصله یکسان از مرکز قرص‌ها انجام گرفت. اعداد سختی به‌وسیله اندازه‌گیری طول ترک ایجاد شده توسط فرورونده دستگاه، مشاهده و در زیر میکروسکوپ دستگاه میکروسختی اندازه‌گیری شده و از جدول استاندارد دستگاه استخراج گردید.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی‌های ریزساختاری

سطح نمونه‌های خام و تف‌جوشی شده توسط میکروسکوپ نوری مطالعه گردیده و در ادامه، نتایج بررسی، در قالب تصاویر با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر ارائه گردیده است. سعی شده است در هنگام انتخاب سطح برای تصویربرداری، سطوحی که شامل ترک بوده؛ انتخاب گردد و بنابراین بررسی‌های سطحی جامع‌تر بوده و اثر روش ساخت بر روی میزان حضور ترک‌ها مطالعه گردد. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های خام (بعد از پرس) و نمونه‌های نهایی (تف‌جوشی شده) به‌ازای درصدهای وزنی مختلف در جدول ۲ ارائه شده است.

در تصاویر مربوط به نمونه‌های خام، جدایش‌هایی بین فاز جامد (که با کادر زرد مشخص گردیده) مشاهده می‌شود که دارای پهنای بسیار کمی بوده و می‌تواند ناشی از اعمال فشار پرس بر روی پودرهای ترد سرامیکی باشد [۲۶]. همچنین، ممکن است با توجه به هندسه زاویه‌دار جزء تقویت‌کننده پس از مرحله آسیاب‌کاری [۲۷ و ۲۸]، افزایش احتمال تشکیل ترک و شکست پودرهای YSZ و تجمع تصادفی گروهی از ذرات شکسته فوق که همراه با

لازم به‌منظور حصول استحکام خام و چسبندگی پودرهای سازنده می‌باشد، به‌گونه‌ای که در فشارهای کمتر از مقدار ذکر شده، قرص‌های تولیدی، قابلیت حمل^۱ نداشتند. اعمال فشار در سه پاس و هر پاس به‌مدت ۳ ثانیه به‌طول انجامید. قرص‌های حاصل از فشردن پودرها با ارتفاع متوسط ۳/۵ میلی‌متر، عاری از هرگونه ترک ماکروسکوپی سطحی بوده و از استحکام خام خوبی برخوردار بوده‌اند.

پس از پرس سرد، جهت حذف نهایی رطوبت، قرص‌ها در خشک‌کن، در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد، به مدت ۲۴ ساعت قرار گرفتند. در انتهای این مرحله نیز، ترک ماکروسکوپی روی سطح نمونه‌ها مشاهده نگردید.

فرآیند تف‌جوشی در این پژوهش، برای هر سه دسته نمونه‌ها به‌صورت یکسان و هم‌زمان در کوره باکسی، در دمای ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد (آذر^۲، اف‌۱۱^۳) انجام گرفت.

چرخه و نمودار تف‌جوشی و سرمایش در شکل ۳ نشان داده شده است. در این نمودار، به‌منظور حذف تمامی افزودنی‌ها (نشاسته و پلی‌ونیل‌الکل) فرآیند تف‌جوشی در دو مرحله نگه‌داری طراحی شده است.

باتوجه به شرایط متفاوت تولید، از نمادهایی جهت مشخص نمودن ویژگی‌های ساخت هر نمونه استفاده شده است (جدول ۱).

پس از تولید نمونه‌ها، ریزساختار قرص‌ها، مورفولوژی ترک‌های ایجاد شده سطحی ناشی از فرآیند تف‌جوشی و توزیع فازها، توسط میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. همچنین جهت مطالعه مغز نمونه‌های تف‌جوشی شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد.

با هدف بررسی سطح نمونه‌ها، عکس‌هایی با استفاده از میکروسکوپ نوری^۴ مدل الیمپوس، جی.ایکس^۵ با بزرگنمایی‌های مختلف از سطح قرص‌های خام و تف‌جوشی شده تهیه گردید. به‌منظور بررسی بیشتر ریزساختار سطح، گراف‌های حاصل از میکروسکوپ نوری نمونه‌های تف‌جوشی شده، با استفاده از نرم‌افزارهای آنالیز تصاویر کلمکس^۶ و ایمیج جی^۷، مورد بررسی قرار گرفته و فاکتورهایی همچون نسبت سطحی دو فاز گازی و جامد نسبت به یکدیگر و نمایش زبری سطح بر اساس نقشه سه‌بعدی محاسبه و تحلیل گردید. همچنین، به‌منظور بررسی میزان عمق ترک‌های سطحی مشاهده شده در قرص‌های تف‌جوشی گردیده؛ با سایش نمونه به‌ازای گام‌های زمانی

- 1 Portable
- 2 AZAR
- 3 F11L
- 4 Optical microscope
- 5 Olympus, GX53
- 6 Clemex Vision
- 7 Image J

8 ASME Sec V, VIII

9 Bareiss

10 V-Test model

Table 2. Optical micrographs of green and sintered samples

جدول ۲: تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های خام و تف جوشی شده

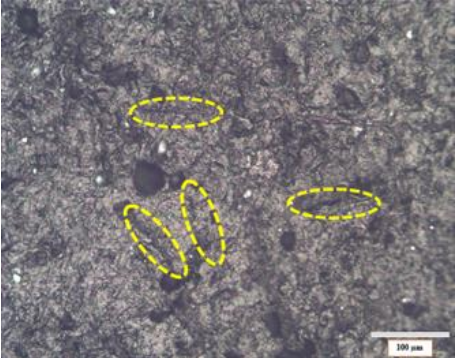
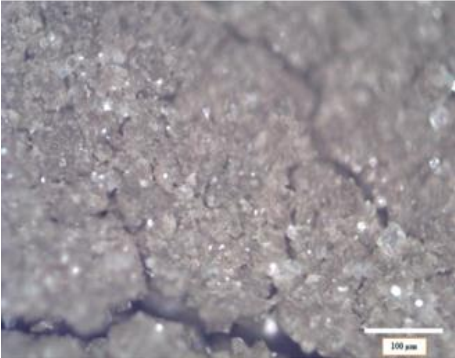
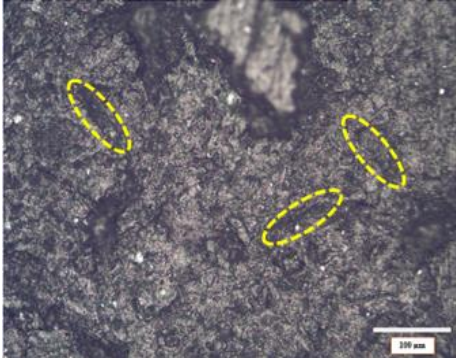
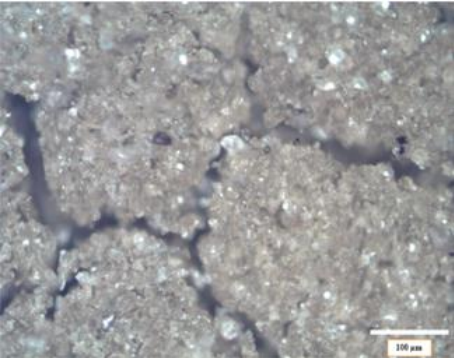
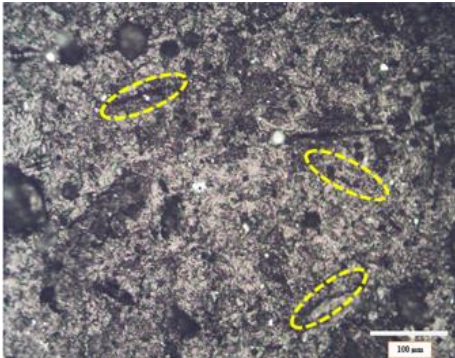
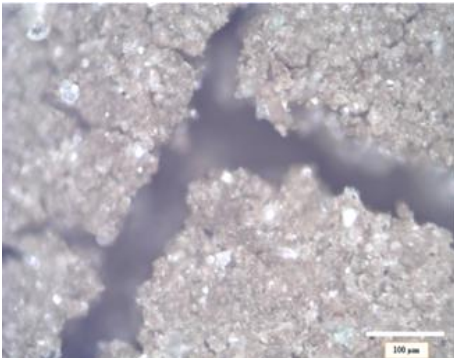
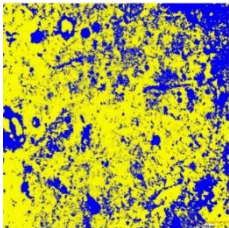
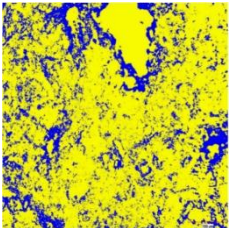
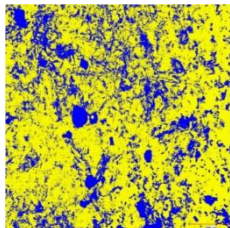
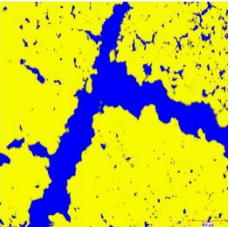
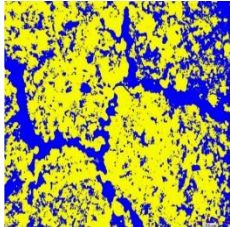
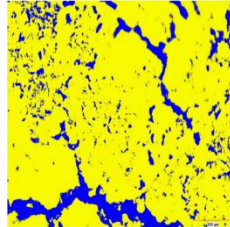
خام	تف جوشی شده	ترکیب شیمیایی
		NiO- ۲۵ wt.%. YSZ
		NiO- ۳۰ wt.%. YSZ
		NiO- ۳۵ wt.%. YSZ

Table 3. Colored phase separation based on optical micrographs

جدول ۳: تفکیک فازی بر اساس رنگ بر مبنای تصاویر میکروسکوپ نوری

NiO- ۳۵ wt.%. YSZ	NiO- ۳۰ wt.%. YSZ	NiO- ۲۵ wt.%. YSZ	
			خام
			تفجوشی شده

نهایی با استفاده از نرم افزارهای آنالیز تصاویر، نسبت سطوح فاز گازی به جامد و نقشه سه بعدی سطح ارائه می گردد. در جدول ۳، که بر اساس اختلاف رنگ موجود در تصاویر سطحی نمونه‌ها، با استفاده از میکروسکوپ نوری تهیه شده است؛ فاز گازی (فاز متخلخل و هم‌چنین فضای بین ترک‌ها)، با رنگ آبی و فاز جامد (کامپوزیت زمینه سرامیکی) با رنگ زرد نمایش داده شده است. شایان ذکر است، در آنالیز نرم‌افزاری نیز نتایج با همین دو رنگ مشخص گردیده است.

جهت تعیین نقش مقدار تقویت‌کننده و فرآیند تولید بر میزان شکل‌گیری تخلخل و ترک، ابتدا سطح اشغال شده توسط فاز گازی و فاز جامد تعیین گردیده (جدول ۴) و سپس با تقسیم مساحت‌های دو فاز (جدول ۵)، کمینه و بیشینه مقدار جدایش بر مبنای متغیرهای فرآیند ساخت تعیین می‌گردد. مطابق با جدول ۵، کمینه مقدار نسبت سطح دو فاز به یکدیگر در نمونه‌های خام، در قطعه G30 مشاهده می‌شود. به نظر می‌رسد، کمتر بودن تعداد و طول ترک‌های ایجاد شده در نمونه فوق به هنگام عملیات پرس، دلیل بروز حداقل جدایش در G30 است.

در مقایسه نمونه‌های تفجوشی شده با یکدیگر، نسبت سطحی در نمونه

انرژی بالای سطحی هستند، منشاء ترک‌های ریزسطحی در نمونه‌های خام گردد [۲۹]. علاوه بر دو مورد اخیر که ماهیت ریزترک دارند؛ تخلخل‌های گازی نیز می‌توانند به‌عنوان عامل جدایش در نظر گرفته شوند [۳۰].

در بین سه نمونه خام، میزان جدایش در نمونه G30 از دو نمونه دیگر کمتر است. پس می‌توان گفت در حالت خام، عیوب سطحی کمتری در این نسبت درصد وزنی مشاهده می‌شود. مطلب فوق مشابه با نتیجه‌ای است که در کامپوزیت‌های زمینه آلومینایی مشاهده گردیده است [۳۱].

در نمونه‌های تفجوشی شده، جدایش در قالب تخلخل و ترک به چشم می‌خورد. برخلاف نمونه‌های خام، ترک‌های مشاهده شده در نمونه‌های نهایی به‌صورت شاخه‌ای و منشعب بوده و دارای پهنای قابل ملاحظه‌ای هستند. دلیل بروز ترک‌هایی با مورفولوژی ذکر شده، تفاوت در محدوده اندازه پودرهای سازنده، حضور جزء تقویت‌کننده با هندسه متفاوت از پودرهای زمینه، اختلاف در ضریب انبساط حرارتی زمینه و تقویت‌کننده و همچنین تفاوت در ضریب انبساط حرارتی فازهایی که طی استتال YSZ در محدوده دمایی ۶۰۰ تا ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد پدید می‌آیند، می‌باشد [۳۲].

جهت بررسی جزئی‌تر جدایش‌های مشاهده شده در نمونه‌های خام و

Table 4. Surface ratio of gas and solid phases

جدول ۴: نسبت سطحی دو فاز جامد و گازی

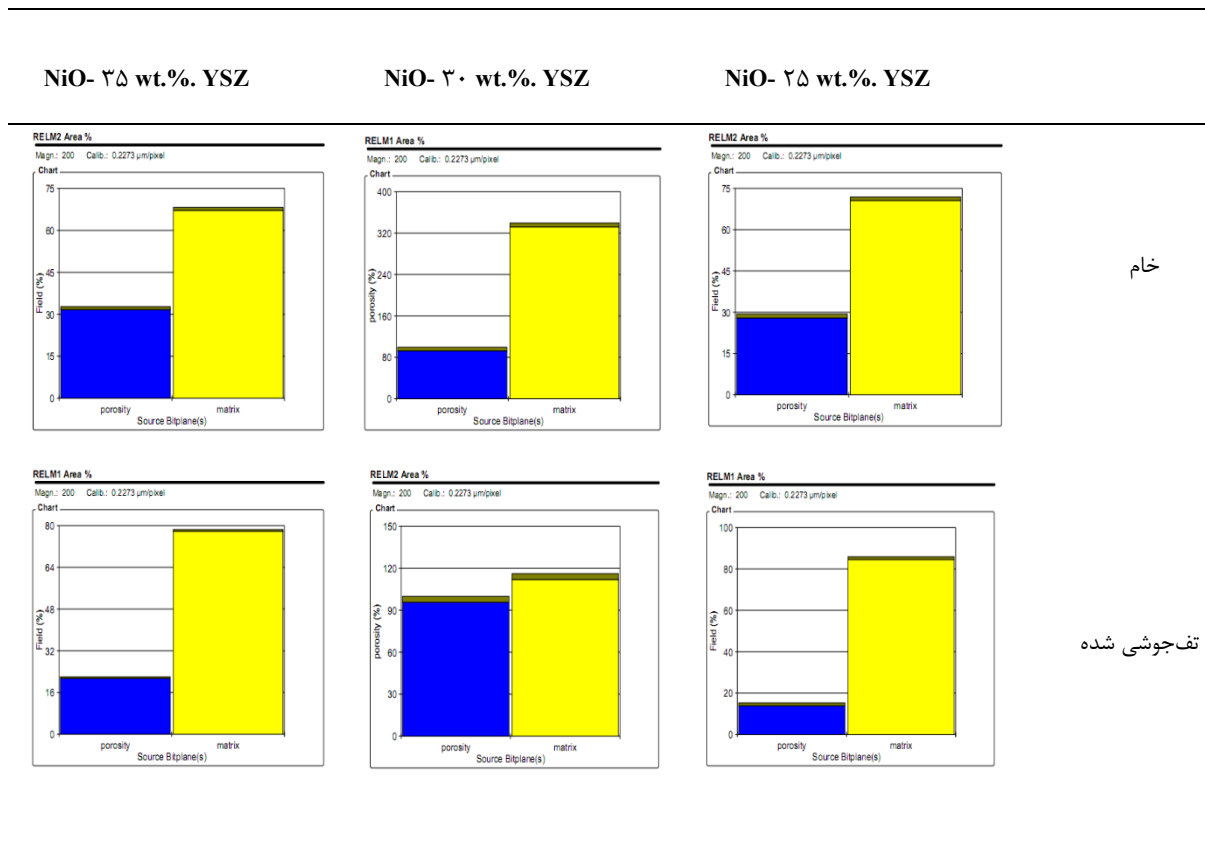


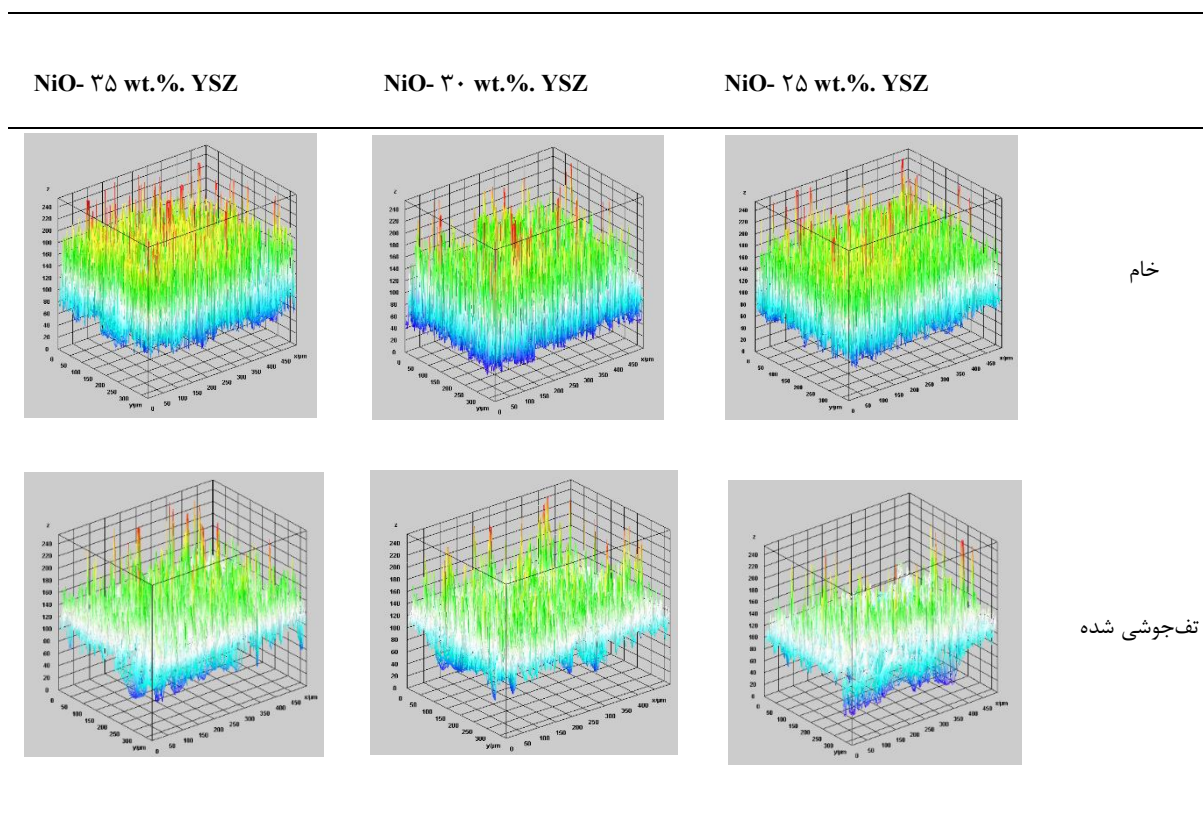
Table 5. %Surface aspect ratio of gas and solid phases

جدول ۵: درصد نسبت سطحی دو فاز گازی و جامد در تصاویر آنالیز شده

درصد نسبت سطحی (فاز آبی / فاز زرد)	نمونه
۴۱	G۲۵
۲۲	S۲۵
۲۷	G۳۰
۸۶	S۳۰
۴۶	G۳۵
۲۵	S۳۵

Table 6. Colored 3D surface plot based on optical micrographs

جدول ۶: نقشه سه‌بعدی بر اساس رنگ بر مبنای تصاویر میکروسکوپ نوری



تهیه گردیده است. در این نقشه‌ها، پستی و بلندی‌های روی سطح قرص سبب بازتاب متفاوت نور از نمونه شده، که در عکس‌های میکروسکوپی به شکل اختلاف رنگ قابل مشاهده می‌باشد. بیشینه بازتاب با رنگ قرمز و کمینه آن با رنگ آبی در نقشه‌ها مشخص می‌شود. رنگ قرمز نشان‌دهنده این است که سطح بیرونی کاملاً مسطح (بدون زبری) و عاری از جدایش بوده است. با توجه به اینکه در تمامی نقشه‌ها، به‌جز رنگ قرمز، طیفی از رنگ‌های دیگر هم دیده می‌شود، بنابراین اختلاف ارتفاع در سطح نمونه و همچنین وجود جدایش می‌تواند سبب تشکیل طیف فوق گردد.

مطابق با تصاویر جدول ۶، در نمونه‌های خام، بیشینه مقدار زبری که سبب بازتاب نور از لایه‌های زیرین گردیده و با رنگ آبی مشخص شده است؛ در نمونه G۳۰ قابل مشاهده است. به‌نظر می‌رسد، دلیل این امر می‌تواند ناشی از عدم وجود جدایش‌های عمیق در لایه‌های زیرین سطحی باشد. مطلب فوق، نتایج حاصل از جدول ۵ را که نشان‌دهنده کمینه مقدار جدایش‌ها در لایه‌های سطحی قرص G۳۰ است، تأیید می‌کند. همچنین با

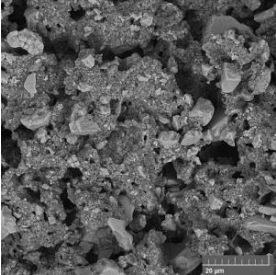
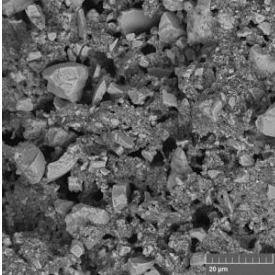
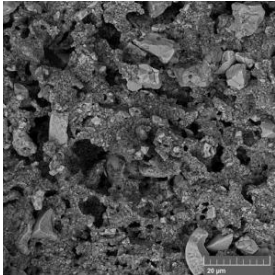
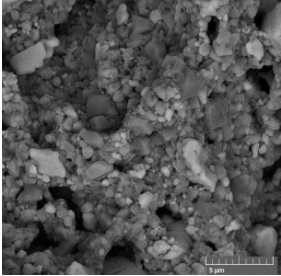
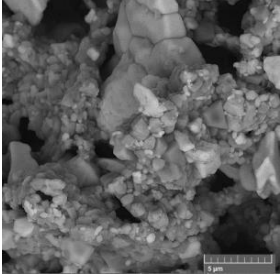
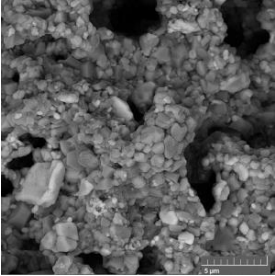
S۳۰ بیشینه بوده و در دو نمونه دیگر، اعداد نسبی، نزدیک به هم هستند. به‌نظر می‌رسد با توجه به کمینه بودن نسبت فاز گازی به فاز جامد در حالت خام، بیشینه بودن این نسبت در حالت تفجوشی شده ناشی از تکمیل فرآیند تفجوشی و عملکرد بهینه نشاسته به‌عنوان عامل تخلخل‌ساز به‌ازای ۳۰ درصد وزنی تقویت‌کننده باشد.

در مقایسه نمونه‌های خام و نهایی با یکدیگر به‌ازای درصد وزنی ثابت، با انجام فرآیند تفجوشی، ایجاد جدایش در دو نمونه با ۲۵ و ۳۵ درصد وزنی YSZ کاهش می‌یابد، در حالی که روند فوق برای نمونه NiO - ۳۰ wt YSZ افزایشی است. به‌نظر می‌رسد با توجه به کاهش مقدار جدایش در نمونه خام G۳۰، احتمال ایجاد ترک بعد از فرآیند تفجوشی کاهش یافته و لذا سهم اعظم جدایش ناشی از تخلخل است. به‌عبارت دیگر در حالت اخیر، نقش نشاسته به‌عنوان عامل تخلخل‌ساز در مخلوط پودری که در مرحله گرمایش حذف می‌شود، پررنگ‌تر بوده است.

در جدول ۶، نقشه‌های سه‌بعدی از سطح بعد از فرآیند پرس و تفجوشی

Table 7. Field emission scanning electron microscopy images of sintered discs in two different magnifications

جدول ۷: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی میدانی از قرص‌های تفجوشی شده در دو بزرگنمایی متفاوت

NiO-۳۵%wt.YSZ	NiO-۳۰%wt.YSZ	NiO-۲۵%wt.YSZ	بزرگنمایی
			۱۰۰۰۰
			۳۰۰۰۰

قابل مشاهده است. برخی از پودرهای به هم چسبیده، اندازه‌ای در حد اندازه پودر اولیه (در حد ۴۵ میکرومتر) دارند ولی بیشتر دانه‌های به هم چسبیده، دارای اندازه‌ای زیر ۱۰ میکرومتر هستند. ساختار فوق نیز تاییدی بر خردایش مواد اولیه پودری حین آسیاب کاری است. قرارگیری اجزای فاز جامد در کنار یکدیگر و چسبندگی آنان به یکدیگر، گویای انجام گرفتن کامل فرآیند تفجوشی می‌باشد. گفتنی است در مقطع عرضی هر سه قرص، گستره‌ای از اندازه فاز گازی و تخلخل قابل مشاهده است.

باتوجه به اهمیت حضور جدایش در لایه‌های مختلف قرص و نقش آن بر تغییر رفتار متالورژیکی ماده، به منظور بررسی عمق ترک‌های موجود در نمونه تفجوشی شده و همچنین مشاهده تغییرات ایجاد شده در لایه‌های سطحی پس از انجام فرآیند سایش با استفاده از سمباده‌زنی، تصاویر میکروسکوپ نوری از سطوح نمونه تحت سایش با گام‌های زمانی ۶۰ ثانیه تهیه گردید (جدول ۸). همچنین در ادامه با استفاده از آنالیز نرم‌افزاری کلمکس نقش پارامترهای ساخت بر میزان جدایش در لایه‌های مختلف بررسی شد (جدول ۹).

افزایش توزیع پراکندگی جدایش در اولین لایه سطحی، احتمال عبور نور به لایه‌های میانی افزایش یافته و در نتیجه امکان بازتاب بیشتری از لایه‌های زیرین مقدور می‌باشد. نکته حائز اهمیت در مقایسه نمونه‌های خام، تفاوت در میزان بازتاب نور از لایه‌های مختلف است، که با توزیع متفاوت رنگ قابل تشخیص می‌باشد. در نمونه‌های تفجوشی شده در مقایسه با قرص‌های خام، پراکندگی جدایش‌ها در لایه‌های زیرین کاهش یافته، و جدایش‌هایی با پهنای نسبتاً قابل ملاحظه در لایه‌های میانی مشاهده می‌شود. در نمونه S2۵، بازتاب نور از لایه میانی، که با رنگ سفید مشخص شده است؛ در مقایسه با دو قرص دیگر بیشتر می‌باشد. با توجه به نتایج نسبت سطحی (جدول ۵)، که کمینه مقدار جدایش در قرص S2۵ دیده شده است؛ لذا اختلاف ارتفاع به جای جدایش کنترل کننده بازتاب نور از لایه میانی است. پراکندگی حضور فاز متخلخل در مغز قرص‌ها را می‌توان در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (جدول ۷) به خوبی مشاهده نمود.

مطابق با تصاویر جدول ۷، فاز گازی و توزیع آن در بین فاز جامد، به‌وضوح مشخص بوده و یک ساختار ترکیبی از لحاظ توزیع اندازه پودرها

Table 8. Optical micrographs of samples' surface during different abrasion times

جدول ۸: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطوح نمونه‌ها در زمان‌های متفاوت سباده زنی

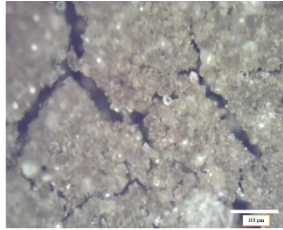


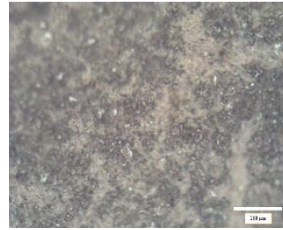
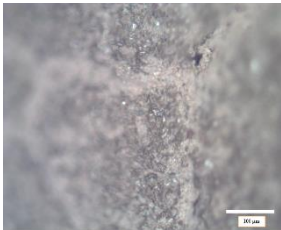

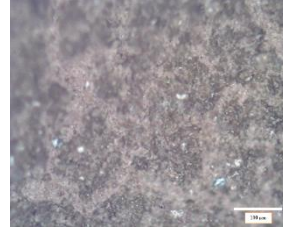
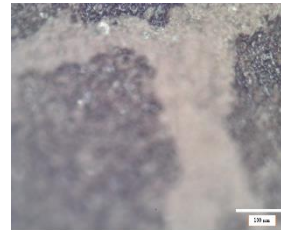

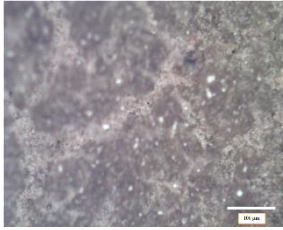
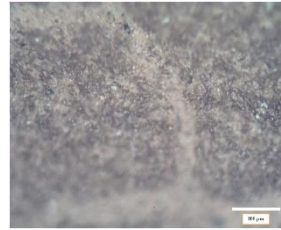
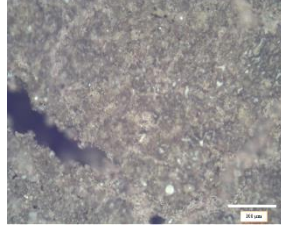
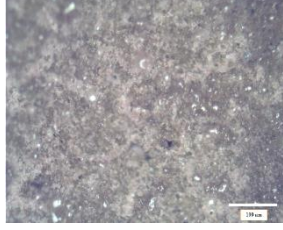
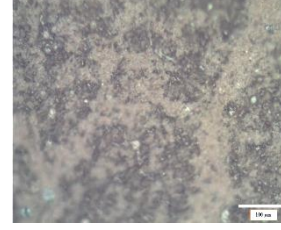


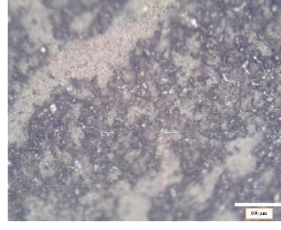

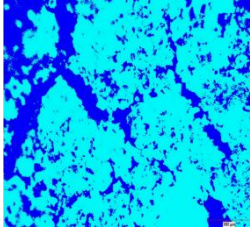
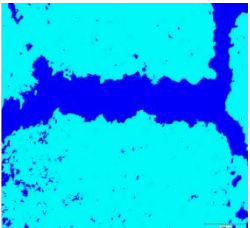
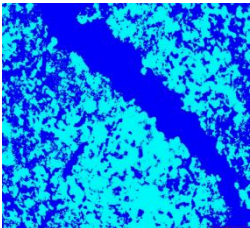
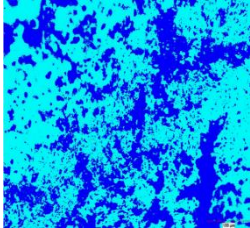
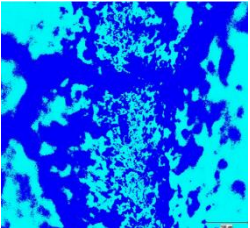
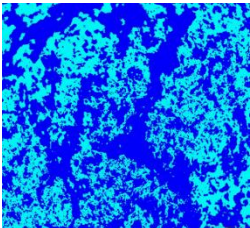
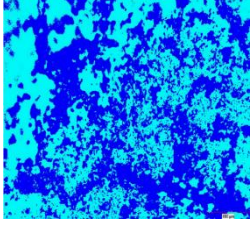
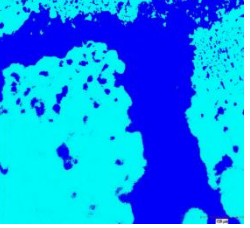
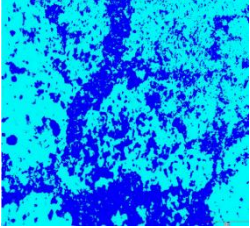
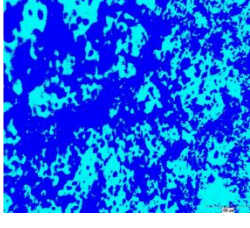
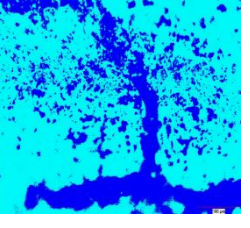
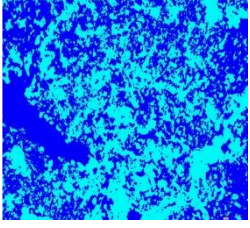
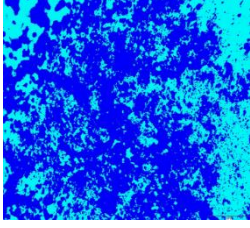
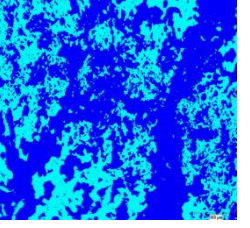
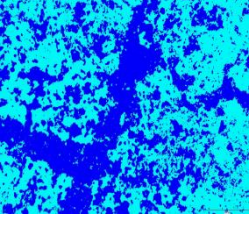
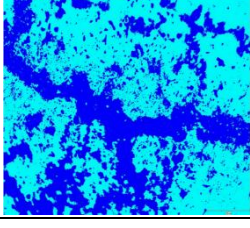
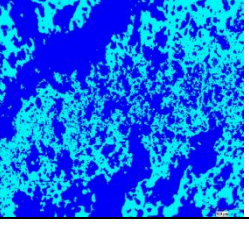
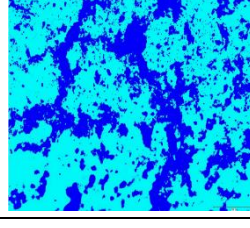
NiO-۳۵%wt.YSZ	NiO-۳۰%wt.YSZ	NiO-۲۵%wt.YSZ	
			ثانیه صفر
			ثانیه ۶۰
			ثانیه ۱۲۰
			ثانیه ۱۸۰
			ثانیه ۲۴۰
			ثانیه ۳۰۰

Table 9. Colored phase separation based on optical micrographs of samples with constant interval abrasion time

جدول ۹: تفکیک فازی بر اساس رنگ بر مبنای تصاویر میکروسکوپ نوری در نمونه‌های تحت سایش با گام‌های زمانی یکسان

NiO-۳۵%wt.YSZ	NiO-۳۰%wt.YSZ	NiO-۲۵%wt.YSZ	
			ثانیه صفر
			ثانیه ۶۰
			ثانیه ۱۲۰
			ثانیه ۱۸۰
			ثانیه ۲۴۰
			ثانیه ۳۰۰

همانطور که در جدول ۱۱ دیده می‌شود، بهترین نمونه از لحاظ عدم وجود ترک عمیق، قرص S۳۰ است و بیشترین ترک عمیق در نمونه S۲۵ که اتفاقاً دارای بیشینه میزان چگالی است مشاهده می‌شود. لذا به نظر می‌رسد؛ بیشترین سهم فاز گازی در نمونه اخیر، مربوط به ترک است و حضور تخلخل سهم کم‌رنگ‌تری در پیدایش فاز گازی دارد. مطلب فوق، با نتایج حاصل از نسبت سطحی در کلمکس تطابق داشته و لذا به نظر می‌رسد با توجه به مجموع نتایج آنالیز تصویری و تصاویر رادیوگرافی، بیشینه سهم فاز گازی در قرص S۳۰ مربوط به تخلخل می‌باشد. بنابراین بهینه میزان نسبت وزنی پودرهای سرامیکی NiO و YSZ جهت تولید قرص‌های کامپوزیتی با استفاده از حداقل یک جزء محلولی ۷۰ به ۳۰ می‌باشد.

۳-۳- چگالی

جهت تعیین میزان فاز گازی موجود در قرص‌ها، از روش چگالی سنجی ارشمیدس استفاده شده است (شکل ۴). شایان ذکر است، مورفولوژی صفحه‌ای و گوشه‌دار ذرات زمینه و تقویت‌کننده سبب افت جریان‌پذیری پودر به‌هنگام پرس می‌گردد؛ که دلیلی بر کاهش میزان چگالی است. همچنین، مطابق با شکل ۴، با افزایش درصد وزنی تقویت‌کننده، علی‌رغم افزایش چگالی تئوری، چگالی تفجوشی کاهش یافته است. به نظر می‌رسد، مطلب فوق ناشی از تفاوت در شکل هندسی زمینه و تقویت‌کننده که به ترتیب صفحه‌ای و گوشه‌دار هستند، می‌باشد. به عبارت دیگر، با افزایش مقدار YSZ گوشه‌دار، مقدار سطح ویژه مخلوط پودری افزایش یافته و در نتیجه جریان‌پذیری پودرها به‌هنگام پرس و تفجوشی کم می‌شود. علاوه بر آن حضور ذرات گوشه‌دار که همراه با تمرکز تنش است؛ می‌تواند احتمال جوانه‌زنی و اشاعه ترک را در پودرهای تقویت‌کننده افزایش داده و در نتیجه سبب بروز ترک گردد. عیب فوق نیز خود عامل کاهش چگالی است. مقایسه داده‌های چگالی و نتایج ریزساختاری حاکی از آن است که هرچند با افزایش فاز تقویت‌کننده، چگالی در نمونه‌ها کاهش یافته است؛ اما نمونه‌ای با بیشینه میزان چگالی (S۲۵)، دارای کم‌عمق‌ترین ترک‌ها نیست؛ بلکه برعکس، عمق ترک در نمونه فوق بیشینه است. به عبارت دیگر، به نظر می‌رسد ترک، در مقایسه با تخلخل، تشکیل‌دهنده بخش اعظم فاز گازی در نمونه ذکر شده باشد. همچنین در نمونه‌ای با کمینه میزان چگالی (S۳۵)، عمق ترک از نمونه S۳۰ بیشتر و میزان جدایش آن کمتر است. بنابراین می‌توان گفت نمونه‌ای با ۳۰ درصد وزنی تقویت‌کننده ما به‌ازای استفاده از ۵۵ درصد وزنی نشاسته و ۸ درصد وزنی جزء محلولی، بیشترین میزان تخلخل را دارد.

همانگونه که در تصاویر ارائه شده در جدول ۸ مشخص است؛ جدایش‌های ایجاد شده در سطح، عمق بالایی نداشته و با اعمال سایش به‌ازای گام‌های زمانی متفاوت هندسه و مسیر شاخه‌های فاز متخلخل و ترک تغییر می‌کند. مطلب فوق نشان‌دهنده عمق اندک جدایش (ترک/تخلخل) می‌باشد. لذا به نظر می‌رسد با توجه به عدم وجود عیوب عمیق در ضخامت، فرآیند تولید نمونه‌ها مناسب بوده است. شایان ذکر است باتوجه به این که در فرآیند پرس و تفجوشی با حضور عامل تخلخل‌ساز، احتمال ایجاد تخلخل راه‌به‌در^۱ بسیار ناچیز است، لذا انتظار می‌رفت که عمق تخلخل‌ها، زیاد نباشد. تصاویر ارائه شده در جدول ۸، تاییدکننده مطلب اخیر است.

در تصاویر ارائه شده در جدول ۹، فاز گازی، به رنگ آبی تیره و فاز جامد، با رنگ آبی روشن مشخص شده است. باتوجه به نتایج فوق، در تمامی نمونه‌ها با افزایش زمان سایش، هندسه، مکان و مورفولوژی جدایش تغییر می‌نماید. مطلب فوق حاکی از این است که اگر جنس جدایش از نوع ترک باشد؛ ترک‌ها عمیق نیستند، در صورتی که جدایش از نوع تخلخل باشد، عمق تخلخل زیاد نیست. به بیان دیگر تخلخل‌ها از نوع تونلی و راه‌به‌در نبوده و احتمال تجمع پودر نشاسته که عامل تخلخل‌ساز است، منتفی می‌باشد. به عبارت دیگر، علی‌رغم استفاده از تنها یک عامل محلولی فرآیند کنترل و توزیع عامل تخلخل‌ساز همگن بوده است. نتایج مربوط به درصد سطحی دو فاز جامد و گازی در ادامه در قالب جدول ۱۰ ارائه شده است.

مطابق با داده‌های جدول ۱۰، در تمامی قرص‌ها به‌ازای بازه‌های زمانی متفاوت درصد نسبی فاز گازی به جامد تغییر کرده است؛ که نشان‌دهنده وجود جدایش‌های کم‌عمق با مورفولوژی متفاوت می‌باشد. علاوه بر این در برخی از بازه‌های زمانی نسبت فاز گازی به جامد بیشتر می‌باشد، به عبارت دیگر هرچند عمق ترک/تخلخل در نمونه‌های تولید شده کم است؛ اما توزیع آن‌ها در برخی از لایه‌های سطحی گسترده‌تر است.

۳-۲- رادیوگرافی اشعه ایکس

جهت بررسی دقیق‌تر عمق ترک‌های موجود در سه نمونه، تصاویر رادیوگرافی از قرص‌های تکه شده، تهیه گردید. در تصاویر رادیوگرافی، ترک‌های کم‌عمق که تا انتهای قرص امتداد پیدا نکرده‌اند، به صورت خطوط خاکستری بدون پهنا دیده می‌شود؛ درحالی که ترک‌های عمقی، به صورت خطوطی عریض و به‌رنگ خاکستری تیره قابل تشخیص هستند. در جدول ۱۱، تصاویر رادیوگرافی نشان داده شده است.

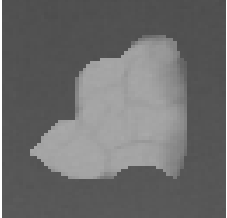
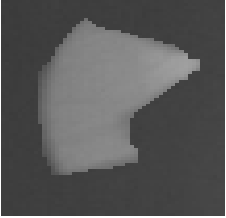
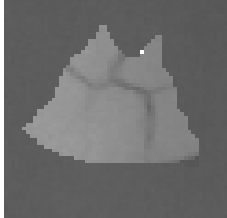
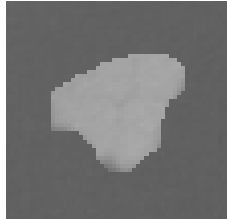
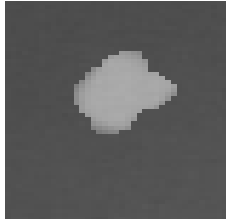

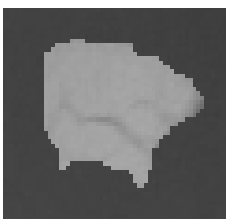

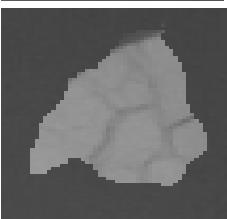
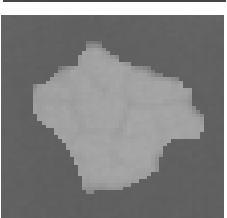

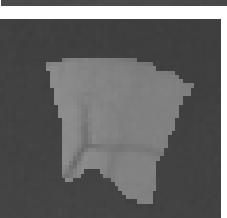
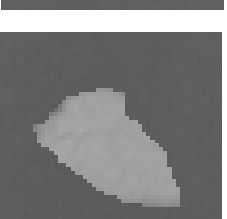

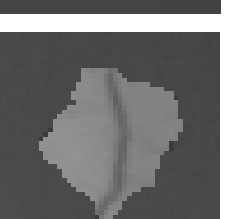
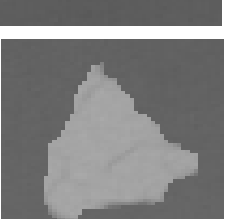
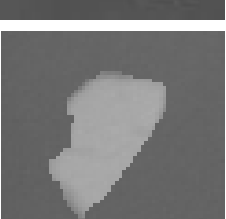
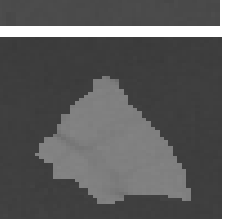
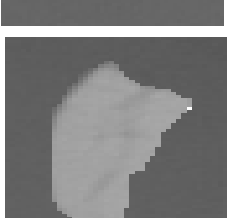
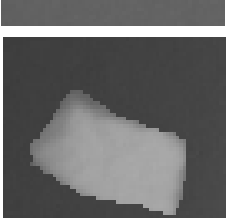
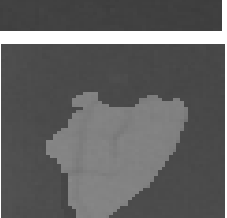
Table 10. %Surface aspect ratio of gas and solid phases based on optical micrographs of samples with constant interval abrasion time

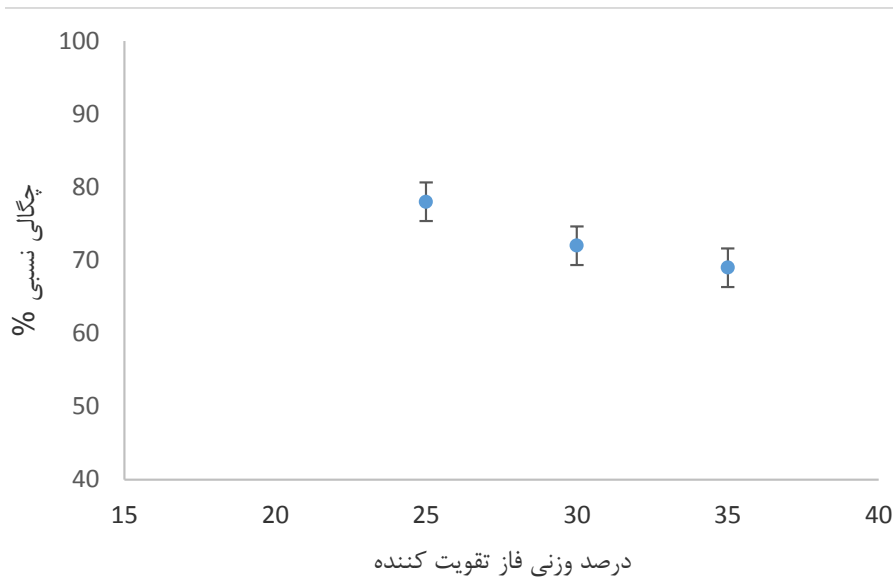
جدول ۱۰: درصد نسبت سطحی دو فاز گازی و جامد در تصاویر آنالیز شده در نمونه‌های تحت سایش با گام‌های زمانی یکسان

درصد نسبت سطحی دوفاز (آبی تیره/آبی روشن)	نمونه
۸۸/۵۸	(۰s) S۲۵
۱۲۹/۸۶	(۶۰s) S۲۵
۶۰/۷۶	(۱۲۰s) S۲۵
۱۰۱/۷۸	(۱۸۰s) S۲۵
۷۹/۲۲	(۲۴۰s) S۲۵
۵۱/۸۷	(۳۰۰s) S۲۵
۳۰/۱۸	(۰s) S۳۰
۱۱۳/۹۹	(۶۰s) S۳۰
۷۰/۴۴	(۱۲۰s) S۳۰
۴۲/۰۶	(۱۸۰s) S۳۰
۱۴۵/۸۹	(۲۴۰s) S۳۰
۱۲۹/۶۴	(۳۰۰s) S۳۰
۳۷/۵۲	(۰s) S۳۵
۶۲/۶۴	(۶۰s) S۳۵
۸۸/۶۰	(۱۲۰s) S۳۵
۱۴۵/۳۵	(۱۸۰s) S۳۵
۱۵۹/۶۹	(۲۴۰s) S۳۵
۶۴/۸۳	(۳۰۰s) S۳۵

Table 11. X-Ray radiography images

جدول ۱۱: تصاویر رادیوگرافی اشعه ایکس

NiO-۳۵%YSZ	NiO-۳۰%YSZ	NiO-۲۵%YSZ
		
		
		
		
		
		
		



شکل ۴: نمودار چگالی نسبی قرص‌ها بر حسب درصد وزنی فاز تقویت کننده

Fig. 4. Relative density of discs versus weight percentage of reinforcement

بیشتر از از اطراف قرص بوده است. طی فرآیند تفجوشی، به علت بالا بودن دما و زمان فرآیند، توانایی انتقال گرما از لبه به مغز نمونه وجود دارد. اما در مرحله سرد شدن، به علت نرخ بالاتر فرآیند سرمایش، نسبت به نرخ فرآیند تفجوشی، حرارت به خوبی نمی‌تواند از مغز نمونه خارج شده و یا خیلی دیر خارج می‌شود که سبب رشد منطقه جامد در قرص شده و کاهش سختی را به دنبال دارد. از آنجا که با افزایش اندازه دانه و رشد دانه، سختی کاهش می‌یابد، لذا سختی مغز نمونه کمتر از لبه‌های آن است. به عبارت دیگر، طول ترک‌های ایجاد شده، تابع ریزساختار ماده است [۳۵ و ۳۶].

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش کامپوزیت‌های سرامیکی NiO/YSZ با درصد‌های وزنی مختلف زمینه/تقویت کننده با استفاده از روش پرس سرد-تفجوشی و تنها در حضور یک جزء محلول پایه الکلی در مرحله گرانوله‌سازی تولید گردید. در ادامه نتایج بررسی‌ها ارائه شده است.

۱- عدم مشاهده ترک‌های ماکروسکوپی بعد از فرآیند فشردن پودرها و همچنین در مرحله رطوبت‌گیری نهایی پیش از تفجوشی، و عدم شکست نمونه‌ها بعد از انجام فرآیند تفجوشی، علی‌رغم استفاده از تنها یک جزء محلول پایه الکلی. این نتیجه گویای مناسب بودن روش ارائه شده در مقیاس ماکروسکوپی، به منظور ساخت نمونه‌های کامپوزیتی سرامیک-سرامیک است.

۳-۴- ریزسختی

جهت بررسی رفتار مکانیکی نمونه‌ها و صرفاً ریزساختاری نبودن مطالعات، آزمون ریزسختی با هدف بررسی اولیه رفتار مکانیکی در قرص‌های تفجوشی شده انجام پذیرفته است.

اعداد سختی به وسیله مشاهده و اندازه‌گیری طول ترک ایجاد شده توسط فرورونده در زیر میکروسکوپ دستگاه میکروسختی، و در نهایت استفاده از جدول استاندارد، استخراج گردید. به گونه‌ای که میانگین میکروسختی گزارش شده از نقاط مختلف قرص ساخته شده برای نمونه‌هایی با ۲۵، ۳۰ و ۳۵ درصد وزنی ایتريای تقویت شده با زیرکونیا، تقریباً به ترتیب برابر با ۳۲۶، ۴۸۶ و ۳۶۱ ویکرز می‌باشد. که با در نظر گرفتن این نکته که میزان سختی تقویت کننده بالاتر از ماده زمینه است؛ قابل قبول است. در جدول ۱۲، طول ترک‌های ایجاد شده برای هر نمونه و عدد سختی گزارش شده آورده شده است.

با بررسی نتایج آزمایش و بر مبنای مشاهدات میکروسکوپی حین انجام آزمون، جدایش در قسمت‌های مرکزی قرص‌ها کمتر بوده و تکه‌های جامد دارای مساحت بیشتری نسبت به فاز جامد اطراف بوده‌اند. بروز پدیده فوق به علت حضور تخلخل که همراه با کاهش هدایت الکتریکی و حرارتی است و عایق بودن نمونه‌های سرامیکی رخ می‌دهد [۳۳ و ۳۴]. در واقع جدایش و رشد فاز جامد به دلیل پایین بودن انتقال حرارت، در مرکز نمونه، به نسبت

Table 12. Results of Vickers micro-hardness of sintered discs

جدول ۱۲: نتایج ریزسختی قرص‌های تفجوشی شده

درصد وزنی تقویت‌کننده	طول ترک ایجاد شده (میکرومتر)	عدد سختی گزارش شده (ویکرز)
۲۵	۴۱	۳۳۱
۲۵	۴۶	۲۶۳
۲۵	۳۸	۳۸۵
۳۰	۳۸	۳۸۵
۳۰	۵/۳۰	۵۹۸
۳۰	۵/۳۴	۴۷۶
۳۵	۴۳	۳۰۱
۳۵	۴۸	۲۴۱
۳۵	۳۲	۵۴۳

Society, 38(4) (2018) 988-1001.

- [2] J.J.J.o.M.S. Petrovic, Review mechanical properties of meteorites and their constituents, 36(7) (2001) 1579-1583.
- [3] J. Yu, G. Wang, D. Tang, Y. Qiu, N. Sun, W. Liu, A novel highly porous ceramic foam with efficient thermal insulation and high temperature resistance properties fabricated by gel-casting process, in: IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, IOP Publishing, 2018, pp. 022043.
- [4] P. Reiterman, O. Holčapek, M. Jogl, P. Konvalinka, Physical and mechanical properties of composites made with aluminous cement and basalt fibers developed for high temperature application, Advances in Materials Science and Engineering, 2015 (2015).
- [5] Z. Biao, Y. Tianyu, D. Wenfeng, L. Xianying, Effects

۲- عمیق نبودن ترک‌های موجود در نمونه‌ها و لایه‌ای بودن مورفولوژی دو فاز جامد و گازی که با استفاده از آزمون سایش در گام‌های زمانی ثابت مشخص گردید؛ گویای کم‌عمق بودن جدایش ایجاد شده (میکرو ترک/ تخلخل)، در نمونه‌های تفجوشی شده می‌باشد.

۳- بیشترین سهم جدایش در نمونه S₃₀، ناشی از تخلخل است و نه ترک. مطابق با نتایج میکروسکوپ نوری و در ادامه نتایج آنالیز نرم‌افزاری، در حالت خام، به‌علت پراکنندگی اندازه‌های کوچکی از فاز گازی در نمونه با ۳۰ درصد وزنی، کمینه مقدار جدایش (نسبت سطوح دو فاز) در این نمونه مشاهده گردید. در حالت تفجوشی، این کسر بیشینه بوده که می‌توان آن را ناشی از تکمیل فرآیند تفجوشی و عمل کرد بهینه عامل تخلخل‌ساز نشاسته دانست. به‌گونه‌ای که داده‌های ویکرز نیز با بیشینه میزان ریزسختی، استحکام مکانیکی مناسب را در نمونه فوق تایید می‌نمایند.

منابع

- [1] R.K. Nishihora, P.L. Rachadel, M.G.N. Quadri, D. Hotza, Manufacturing porous ceramic materials by tape casting—A review, Journal of the European Ceramic

- [13] P. Carlone, G. Palazzo, Cold compaction of ceramic powder: Computational analysis of the effect of pressing method and die shape, *International Applied Mechanics*, 43(10) (2007) 1174-1178.
- [14] E. Castro e Costa, J.P. Duarte, P. Bártolo, A review of additive manufacturing for ceramic production, *Rapid Prototyping Journal*, 23(5) (2017) 954-963.
- [15] M.V. Sundaram, Processing Methods for Reaching Full Density Powder Metallurgical Materials, Licentiate Thesis, Chalmers University of Technology, (2017).
- [16] H. Aslannejad, L. Barelli, A. Babaie, S. Bozorgmehri, Effect of air addition to methane on performance stability and coking over NiO-YSZ anodes of SOFC, *Applied energy*, 177 (2016) 179-186.
- [17] X. Xi, H. Abe, M. Naito, Effect of composition on microstructure and polarization resistance of solid oxide fuel cell anode Ni-YSZ composites made by co-precipitation, *Ceramics International*, 40(10) (2014) 16549-16555.
- [18] X.-V. Nguyen, C.-T. Chang, G.-B. Jung, S.-H. Chan, W. Huang, K.-J. Hsiao, W.-T. Lee, S.-W. Chang, I. Kao, Effect of sintering temperature and applied load on anode-supported electrodes for SOFC application, *Energies*, 9(9) (2016) 701.
- [19] L. Besra, C. Compson, M. Liu, Electrophoretic deposition on non-conducting substrates: the case of YSZ film on NiO-YSZ composite substrates for solid oxide fuel cell application, *Journal of Power Sources*, 173(1) (2007) 130-136.
- [20] S. De Souza, S.J. Visco, L.C. De Jonghe, Thin-film solid oxide fuel cell with high performance at low-temperature, *Solid State Ionics*, 98(1-2) (1997) 57-61.
- [21] M. Tanhaei, M. Mozammel, E. Javanshir, N.N. Ilkhechi, of pore structure and distribution on strength of porous Cu-Sn-Ti alumina composites, *Chinese Journal of Aeronautics*, 30(6) (2017) 2004-2015.
- [6] T.A. Cheema, G.M. Kim, C.Y. Lee, M.K. Kwak, H.B. Kim, C.W. Park, Effects of composite porous gas-diffusion layers on performance of proton exchange membrane fuel cell, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 1(4) (2014) 305-312.
- [7] G. Fernlund, J. Wells, L. Fahrang, J. Kay, A. Poursartip, Causes and remedies for porosity in composite manufacturing, in: *IOP conference series: materials science and engineering*, IOP Publishing, 2016, pp. 012002.
- [8] G. Chen, H.-X. You, Y. Kasai, H. Sato, A. Abudula, Characterization of planer cathode-supported SOFC prepared by a dual dry pressing method, *Journal of Alloys and Compounds*, 509(16) (2011) 5159-5162.
- [9] X. Xin, Z. Lü, Q. Zhu, X. Huang, W. Su, Fabrication of dense YSZ electrolyte membranes by a modified dry-pressing using nanocrystalline powders, *Journal of Materials Chemistry*, 17(16) (2007) 1627-1630.
- [10] L. Blum, R. Steinberger-Wilckens, W. Meulenber, H. Nabelek, SOFC Worldwide—Technology Development Status and Early Applications, in: *Fuel Cell Technologies: State and Perspectives*, Springer, 2005, pp. 107-122.
- [11] T. Laha, A Review of: "Ceramic Matrix Composites, Walter Krenel (Ed.)" Wiley-VCH, Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim, Germany, 2008, 418 pages, ISBN: 978-3-527-31361-7, in, Taylor & Francis, 2009.
- [12] J. Deckers, J. Vleugels, J. Kruthl, Additive manufacturing of ceramics: a review, *Journal of Ceramic Science and Technology*, 5(4) (2014) 245-260.

- Tech Publ, 2005, pp. 612-617.
- [29] Z.-Y. Deng, J. She, Y. Inagaki, J.-F. Yang, T. Ohji, Y. Tanaka, Reinforcement by crack-tip blunting in porous ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 24(7) (2004) 2055-2059.
- [30] C. Yuan, L.J. Vandeperre, R.J. Stearn, W.J. Clegg, The effect of porosity in thermal shock, *Journal of materials science*, 43(12) (2008) 4099-4106.
- [31] M. Tillman, J.A. Yeomans, R.A. Dorey, The effect of a constraint on the sintering and stress development in alumina thick films, *Ceramics International*, 40(7) (2014) 9715-9721.
- [32] M. Henke, U. Klemm, D. Sobek, Determination of specific parameters in dry pressing of ceramic powders, *Journal of powder and bulk solids technology*, 10(1) (1986) 9-14.
- [33] J. Montes, F. Cuevas, J. Cintas, Porosity effect on the electrical conductivity of sintered powder compacts, *Applied Physics A*, 92(2) (2008) 375-380.
- [34] K. Schlichting, N. Padture, P. Klemens, Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia, *Journal of materials science*, 36(12) (2001) 3003-3010.
- [35] J. Quinn, V. Sundar, I.K. Lloyd, Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics, *Dental Materials*, 19(7) (2003) 603-611.
- [36] M. Trunec, Effect of grain size on mechanical properties of 3Y-TZP ceramics, *Ceramics-Silikáty*, 52 (2008) 165-171.
- Porosity, microstructure and mechanical behavior of NiO-YSZ composite anode for solid oxide fuel cells, *International Journal of Materials Research*, 108(10) (2017) 857-863.
- [22] M. Verbraeken, Advanced supporting anodes for Solid Oxide Fuel Cells, Master Thesis, Faculty of Science and Technology, University of Twente, 2005.
- [23] J.S. Reed, From batch to pressed tile: mechanics and system microstructural changes, in.
- [24] N. Hlabangana, G. Danha, E. Muzenda, Effect of ball and feed particle size distribution on the milling efficiency of a ball mill: An attainable region approach, *South African Journal of Chemical Engineering*, 25 (2018) 79-84.
- [25] H. Shin, S. Lee, H.S. Jung, J.-B. Kim, Effect of ball size and powder loading on the milling efficiency of a laboratory-scale wet ball mill, *Ceramics International*, 39(8) (2013) 8963-8968.
- [26] D. Zenger, H. Cai, Common causes of cracks in PM compacts, *Metal Powder Report*, 2(54) (1999) 35.
- [27] S. Lamnini, Z. Fogarassy, Z.E. Horváth, S. Tóth, K. Balázs, C. Balázs, The role of the attrition milling on the grain size and distribution of the carbon nanotubes in YSZ powders, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, (2018).
- [28] W.K. Yoshito, V. Ussui, D.R.R. Lazar, J.O.A. Pascoal, Synthesis and characterization of NiO-8YSZ powders by coprecipitation route, in: *Materials science forum*, Trans

