

Amirkabir Journal of Mechanical Engineering

Amirkabir J. Mech. Eng., 52(10) (2021) 685-688 DOI: 10.22060/mej.2019.15876.6215

Fabrication and Characterization of NiO/YSZ Composite via Cold Press-Sintering Method

M. Akbari¹, A. Hosseini Monazzah^{1*}, N. Parvin², K. Rahmani¹

¹ Faculty of Mechanical and Energy Engineering, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran ² Department of Mining and Metallurgy Engineering, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran

ABSTRACT: Among various manufacturing processes, the use of cold press-sintering has been considered with low cost, high efficiency, and the ability to produce components with the appropriate dimensional accuracy. In this method, at least two components of the alcoholic solution used in granulation and milling steps. Removing the solutions was accompanied by energy consumption, as well as, an increment in probability of crack initiation, which may limit the widespread utilization of this method. Therefore, in the present study, the soluble component in the milling step was removed. In following just using polyvinyl alcohol as a soluble component in the granulation step, the ceramic/ ceramic composite was fabricated. Doing this, samples based on NiO and YSZ were made with different weight percentages of the reinforcement component (25, 30 and 35% wt. zirconia-stabilized yttrium), and then their microstructure, density, and hardness were investigated. Microstructural studies indicate that the amount and distribution of porosity, surface quality and depth of cracks in the samples are depended on reinforcement weight. In detailed, at the surface of raw materials, no deep crack was observed. In sintered specimens, the best distribution of the gas phase was observed in NiO- 30% wt. YSZ. In addition, the radiography results provided by the above samples indicated that deep crack in the discs is not visible. Therefore, it seems that the starch as a pore former displayed the beset role via porosity distribution and lessening crack nucleation in sample having 30% reinforcement. According to microstructural and radiography results, the maximum hardness was observed in sample having the best distribution of the gas phase in matrix.

1-Introduction

(cc)

Although high temperature stability, low density, appropriate corrosion and wear resistance are significant properties of ceramics, the brittle characteristics of these fragile materials restricts their applications [1]. Therefore, optimization of ceramic materials was performed via composite processing [2]. The manufacturing of Ceramic Matrix Composites (CMCs) was done using external pressure or without it, such as warm iso-static press or slurry casting, respectively [3]. Nowadays due to CMC applications, the tendency to use new methods with high dimensional accuracy, economic efficiency, and specific geometry has increased. In the meantime, Additive Manufacturing (AM) and press-sintering methods are two approaches that have been particularly used to get attention in the development of dense, as well as, porous advanced components. It is noteworthy that, significant amounts of CMCs are produced in the porous form, such as filters and solid oxide fuel cells. Although it is possible to control the geometry and porosity distribution in the AM procedure, the manufacturing cost for laboratory-scale sample is very high and out of reach [4]. Therefore, the propensity for press-sintering processing, especially in the manufacture of porous ceramic composites, has increased [5]. One of the most usable porous ceramics also used as a solid oxide fuel cell anode is NiO/

*Corresponding author's email: a hosseinimonazzah@sbu.ac.ir

Copyrights for this article are retained by the author(s) with publishing rights granted to Amirkabir University Press. The content of this article (\mathbf{i}) is subject to the terms and conditions of the Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY-NC 4.0) License. For more information, please visit https://www.creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/legalcode. 685

Review History:

Received: 24 Feb. 2019 Revised: 1 Aug. 2019 Accepted: 22 Sep. 2019 Available Online: 14 Nov. 2019

Keywords:

Ceramic matrix composite Press-sintering Microstructure Surface quality Radiography

YSZ composite [6]. Researchers are endeavoring to optimize the process parameters or properties of NiO/YSZ composite via optimizing the porosity contained in the samples [7]. For example, Besra et al. [8] fabricated NiO/YSZ composite with a weight ratio of 40-60 and 50-50 by single-axis cold pressing, in order to fabricate a non-conductive composite substrate. Doing that, mixing and milling steps were performed using solutions, while starch was selected as pore former. The results show that, the density decreased by enhancing the amount of pore former. In another study, Souza et al. [9] produced 50 wt.% NiO/ 50 wt.%YSZ composite using a uniaxial press method in the presence of soluble components. The structure shows good porosity distribution and appropriate particle interconnectivity. Subsequently, Tanhaei et al. [10] fabricated nanocomposite based on NiO-YSZ produced by press-sintering method. Similar to previous work, the pore distribution was acceptable and grain growth occurred predominantly in finer reinforcing powder particles.

It is worth noting that, according to our literature review, at least two soluble components utilized during processing steps of NiO/YSZ composites, which made by press-sintering method. However, the presence of a soluble component increases the amount of energy consumed due to need for removing it before sintering [11]. In addition, the elimination of soluble components associated with the gas outflow, creates impurities in the sample, and thus increases the probability of



M. Akbari et al., Amirkabir J. Mech. Eng., 52(10) (2021) 685-688, DOI: 10.22060/mej.2019.15876.6215



cracking during the manufacturing process [12]. Therefore, in the present study, in order to achieve microstructure having fewer imperfections and reduce energy consumption, the minimum amount of soluble component was used during processing steps. In other words, the milling and mixing step was performed in a completely dry manner. Therefore, porous NiO-YSZ composites having different weight percentages of reinforcement were produced by dry-press-sintering technique, using starch as pore former. Considering the constant value of pore former, the pore distribution was controlled by the weight fraction of reinforcement and matrix. Then, the microstructure of pressed and sintered samples was characterized using optical and scanning electron microscopies. In addition to microstructural studies, micro-hardness test was utilized in order to determine the role of weight percent and presence of porosity on mechanical behavior of porous samples.

2- Methodology

In this research, NiO-YSZ composites having three different weight fractions of YSZ, i.e. 25, 30 and 35 wt.% were produced using powder metallurgy method. Doing that, NiO and YSZ, both having average particle size of 45 μ m, and corn starch were utilized as matrix, reinforcement, and pore former, respectively. The samples fabrication done as following:

1. Dry Milling and dry mixing were performed in two steps, first: mixing and milling of NiO+YSZ and second: mixing and milling of NiO+YSZ+starch.

2. For bonding ceramic and polymer powders, granulation was done using polyvinyl alcohol (PVA), following that the pasted mixture was sieved after 24 hr.



Fig. 2. Density of discs versus the weight percent of YSZ

3. Cold pressing was applied via uniaxial press and without any lubricant at 110 MPa. Green discs had 3 mm height and 17 mm diameter. Following that, samples were dried at oven for 24 hr.

4. Sintering the green discs was considered with two soaking times (30 and 120 min) with different heating and cooling gradient.

The symbol used in this study for green and sintered discs were defined as G and S, respectively. In addition, the weight percent of YSZ in each composite disc was followed by symbols.

The microstructure of samples was examined using optical and scanning electron microscopy in order to study the crack morphology and porosity distribution. Following that, the image analyzer software was utilized to study microstructural features in detail. For investigation the surface cracks, the surface of samples was grinded using abrasive papers during specific time interval, while the depths of cracked investigated using radiography. Finally, density and micro-hardness of sintered discs were studied using Archimedes and Vickers methods, respectively.

3- Results and Discussion

3-1-Microstructural Investigation

Considering Fig.1, some separation was seen in the form of cracks and porosity in both green and sintered samples. The widths of these separation were broader in the sintered samples due to the discrepancy of thermal expansion of matrix and reinforcement materials.

In addition to optical micrographs, the results of image analyzing revealed that, the minimum and maximum separations was observed in G30 and S30 samples, whereas, the contribution of porosity was highlighted in comparison to cracks in sintered one. The radiography results of sintered discs emphasized the absence of deep cracks in S30 disc.

3-2-Density

Fig. 2 shows that, the density of samples decreased by increasing the reinforcement contents due to the angular and plate-like morphology of raw materials, which reducing the flow-ability of powder.

3-3-Micro-Hardness

The results show that, the value of hardness was not uniform along the diameter of the samples, i.e.; the minimum hardness observed in the center of the disc due to grain growth. In addition, the maximum hardness of samples was obtained in S30, which emphasis the low contribution of cracks in separation phase.

4- Conclusions

1. No macro-cracks, as well as, non-fractured species observed in green and sintered samples, respectively. Both subjects confirmed that this dry-press sintering method was acceptable for producing NiO-YSZ composite.

2. The absence of deep cracks emphasized shallow separations (porosity/cracks) in samples.

3. The maximum separation was observed in S30 sample due to the low contribution of cracks, which was clarified with the maximum micro-hardness.

References

- [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 Society, 38(4) (2018) 988-1001.
- [2] 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).
- [3]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.
- [4] 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.

- [5] M.V. Sundaram, Processing Methods for Reaching Full Density Powder Metallurgical Materials, Licentiate Thesis, Chalmers University of Technology, (2017).
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] 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.
- [10] M. Tanhaei, M. Mozammel, E. Javanshir, N.N. Ilkhechi, 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.
- [11] M. Verbraeken, Advanced supporting anodes for Solid Oxide Fuel Cells, Master Thesis, Faculty of Science and Technology, University of Twente, 2005.
- [12] J.S. Reed, From batch to pressed tile: mechanics and system microstructural changes, in.

This page intentionally left blank

نشريه مهندسي مكانيك اميركبير



نشریه مهندسی مکانیک امیرکبیر، دوره ۵۲، شماره ۱۰، سال ۱۳۹۹، صفحات ۲۷۵۹ تا ۲۷۷۸ DOI: 10.22060/mej.2019.15876.6215

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

مريم اکبري'، عسل حسيني منزه'*، نادر پروين'، خسرو رحماني'

ٔ 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

تاريخچه داورى: **خلاصه:** در بین فرآیندهای ساخت کامپوزیتهای زمینه سرامیکی، استفاده از روش پرس سرد-تفجوشی با توجه به هزینه اندک، دریافت: ۱۳۹۷/۱۲/۰۵ 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 (پلیوینیل الکل)، کامپوزیت سرامیک/سرامیک با روش نسبتا خشک ساخته شد. نمونههای کامپوزیتی NiO- YSZ با درصدهای وزنی ۲۵، ۳۰ و ۳۵ از جزء تقویت کننده (ایتریا پایدار شده با زیرکونیا) در فشار ۱۱۰ مگاپاسکال فشرده شده و قطعات نهایی در فرآیند تفجوشی در دمای ۱۲۶۰ درجه سانتی گراد 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 تقویت کننده است. در سطح نمونههای خام ترک عمیق مشاهده نگردیده و در نمونههای تفجوشی شده، ۳۰ درصد تقویت کننده، بهترین توزیع فاز گازی را بدون حضور ترک عمیق نشان میدهد. همچنین، بررسی ریزسختی قرصها نشان میدهدکه کامپوزیت با ۳۰ درصد تقویت کننده، بالاترین سختی را داراست. لذا بهنظر میرسد در بین کامپوزیتهایی با ۲۵ تا ۳۵ درصد تقویت کننده، کامپوزیتی با ۳۰ درصد تقویت کننده، نمونه بهینه است.

بازنگری: ۱۳۹۸/۰۵/۱۰ پذیرش: ۱۳۹۸/۰۶/۳۱ ارائه آنلاین: ۱۳۹۸/۰۸/۲۳ كلمات كليدى: كامپوزيت زمينه سراميكي

يرس–تفجوشي ريزساختار راديوگرافي ريزسختى

۱ – مقدمه

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 می باشد [۳–۱]. لذا به منظور استفاده بهینه از مواد سرامیکی، از فرآیند کامپوزیت کردن استفاده می شود [۴]. کامپوزیت های سرامیکی به دو دسته اکسیدی و غیراکسیدی تقسیم میشود.

هرچند از سرامیکهای اکسیدی در دمای کاری پایین تر استفاده می گردد؛ اما ساخت کامپوزیت از این دسته از سرامیکها آسان تر، ارزان تر و مقاومت به اکسیداسیون در این گروه از کامپوزیتها بیشتر است. گفتنی است

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].

على رغم مزاياى ذكر شده، اين دسته از مواد همانند ساير سيستمهاى 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].

^{*} نویسنده عهدهدار مکاتبات: a_hosseinimonazzah@sbu.ac.ir

حقوق مؤلفین به نویسندگان و حقوق ناشر به انتشارات دانشگاه امیرکبیر داده شده است. این مقاله تحت لیسانس آفرینندگی مردمی (Creative Commons License) دیدن فرمائید. https://www.creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/legalcode دیدن فرمائید.

ساخت کامپوزیتهای سرامیکی بر پایه شکل دهی با فشار خارجی و یا شکل دهی بدون حضور فشار خارجی صورت می پذیرد [۸]. در بین روشهای مختلف شکل دهی، فرآیند ریخته گری دوغابی^۲ که بدون حضور فشار خارجی صورت می گیرد؛ روشی در دسترس و ارزان قیمت است. در ریخته گری دوغابی، یک دوغاب ریخته گری در یک قالب متخلخل (معمولا از جنس گچ)، ریخته شده و در زمان مناسب، خشک می گردد. پس از خشک شدن موخاب، عملیات تفجوشی در دمای مناسب صورت می گیرد. برای ساخت می مود. نام این روش اصلاح شده، ریخته گری دوغابی بوده؛ با این تفاوت می شود. نام این روش اصلاح شده، ریخته گری دوغابی بوده؛ با این تفاوت می دوغابی، از قالب استفاده می شود (۹]. سایر روش های ساخت کامپوزیت زمینه دوغابی، از قالب استفاده می شود [۹]. سایر روش های ساخت کامپوزیت زمینه سرامیکی تحت بار خارجی با حضور پرس انجام می شود. در روش شکل دهی با فشار خارجی، اعمال فشار همراه با گرما (پرس ایزو استاتیک گرم^۳ و پرس

در فرآیند پرس ایزواستاتیک گرم، قطعه معمولا در یک محفظه با خاصیت لاستیکی (مادهای که در دمای شکل دهی، خواص سوپر الاستیسیته از خود بروز می دهد)؛ قرار گرفته و سپس در یک مخزن تحت فشار قرار می گیرد. 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 بهدلیل 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

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]. به گونهای 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 درنظر گرفته شده است. نتایج حاکی از آن است که، با افزایش میزان نشاسته، میزان تخلخل نیز افزایش یافته است و نمونههایی مناسب به عنوان زیر لایه 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] نانوکامپوزیت 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 قراردادند. ریزساختار قرصهای ساخته شده در این پژوهش، دارای توزیع مناسب فاز متخلخل بوده است و رشد پودرها، بهطور غالب، در ذرات پودر ریزتر (تقویت کننده) 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 صورتی که حضور جزء محلولی بهدلیل لزوم حذف آن پیش از مرحله تفجوشی سبب بالا رفتن میزان انرژی مصرفی می گردد [۲۲]. علاوهبر 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 می دهد [۳۳]. لذا در پژوهش حاضر با هدف دستیابی به ریزساختاری

¹ Slurry Casting

² Tape Casting

³ Hot Isostatic Pressing

⁴ Warm Press

⁵ Additive Manufacturing



شکل ۱: مورفولوژی پودرهای اولیه اکسید نیکل مورد استفاده در این پژوهش Fig. 1. The morphology of NiO raw powder used in this study



۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش کامپوزیت زمینه سرامیکی NiO-YSZ با درصدهای وزنی مختلف (wt YSZ ، NiO - ۲۵٪ wt YSZ و wt ySZ ۱۰۰ - NiO) با استفاده از روش متالورژی پودر تولید شده است. مواد اولیه مصرفی جهت تولید کامپوزیتهای فوق عبارتند از:



شکل ۲: مورفولوژی پودرهای اولیه YSZ مورد استفاده در این پژوهش Fig. 2. The morphology of YSZ raw powder used in this study

۱– پودر اکسید نیکل (آلفا ایسار^۱، ۱۳۳۵۹ نیکل (II) اکسید، ۹۹ درصد)
با متوسط اندازه ذرات ۴۵ میکرومتر (شکل۱).

۲- پودر ایتریای پایدار شده با زیرکونیا (۸ درصد وزنی) (متکو ۲۰۴ اِن. اس^۲) با متوسط اندازه ذرات ۴۵ میکرومتر (شکل۲).

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

مخلوط کردن و خردایش نسبی پودرها توسط آسیاب مکانیکی سیارهای مدل رتسچ پی.ام ۴۰۰^۳، طی دو مرحله در محفظه زیرکونیایی صورت پذیرفت. در این دو گام، سرعت دستگاه ۲۵۰دور 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 تقویت کننده و خردایش اندک (بهدلیل زمان کوتاه آسیاب کاری)، 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 می باشد، به محصول مرحله اول اضافه گردیده و فرآیند مخلوط سازی به صورت خشک و بدون حضور افزودنی

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

بهمدت ۳۰ دقیقه صورت گرفتهاست.

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 ۲۰/۴۵ مولار، در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۸۰ دقیقه، توسط همزن مغناطیسی انجام گرفت. جهت گرانول سازی مقدار۸ درصد وزنی اضافی از محلول پلیونیل الکل به مخلوط پودرها اضافه شده و پس از مخلوط کردن دستی در کیسهای سربسته

در دمای محیط بهمدت ۲۴ ساعت نگه داشته شد. گام نهایی گرانولسازی، عبور مخلوط فوق از الکهایی با مشهای ۱۰، ۱۲ و ۱۴ بوده است. پس از گذشت ۲۴ ساعت از گذراندن مخلوطها از سرندها، بهمنظور

پس بر عنست ۲۰ ساعت از عبراعان معنوعت از سرعت بسیر ساخت قرصها، محصول گرانولهشده توزین گردیده و تحت فشار پرس تک محوره(آر.ام.سی^۲، ۲۰ 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

Table 1. Symbols utilized	l for specimens	fabricated in	this research
---------------------------	-----------------	---------------	---------------

کد	مادہ
G۲۵	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۷۵ wt.% NiO- ۲۵ wt.% YSZ
G۳۰	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۷۶ Wt.% NiO- ۳۰ wt.% YSZ
G۳۵	کامپوزیت خام فشرده شده با ترکیب شیمیایی ۶۵ wt.% NiO- ۳۵ wt.% YSZ
ST۵	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی V۵ wt.% NiO- ۲۵ wt.% YSZ
S r •	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی V• wt.% NiO- ۳۰ wt.% YSZ
S۳۵	کامپوزیت تفجوشی شده با ترکیب شیمیایی VSZ %wt. NiO- ۳۵ wt. ۶۵

جدول 1: نمادگذاری نمونههای تولید شده در این پژوهش

1 Polyvinyl Alcohol (PVA)

لازم بهمنظور حصول استحکام خام و چسبندگی پودرهای سازنده میباشد، به گونهای 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 به طول انجامید. قرصهای حاصل از فشردن پودرها با ارتفاع متوسط ۳/۵ میلی متر، عاری از هر گونه ترک ماکروسکوپی سطحی بوده و از استحکام خام خوبی برخوردار بودهاند.

پس از پرس سرد، جهت حذف نهایی رطوبت، قرصها در خشک کن، در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد، 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 سانتی گراد (آذر^۲، اف۱۱۱ل^۳، ۱۳۲۰) انجام گرفت.

چرخه و نمودار تفجوشی و سرمایش در شکل ۳ نشان داده شده است. در این نمودار، بهمنظور حذف تمامی افزودنیها (نشاسته و پلیونیل الکل) 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^{*} مدل اّلیمپوس، جی.ایکس^۵۵۳ با بزرگنماییهای مختلف از سطح قرصهای خام و تفجوشی شده تهیه گردید. به منظور بررسی بیشتر ریزساختار سطح، گرافهای حاصل از میکروسکوپ نوری نمونههای تفجوشی شده، با استفاده از نرمافزارهای آنالیز تصاویر کلمکس^{*} و ایمیج جی^۲، 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، به منظور بررسی میزان عمق ترکهای سطحی مشاهده

4 Optical microscope

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[^] مطالعه گردید. در روش فوق زمان تابش اشعه ایکس، ۶۰ ثانیه و میزان اکتیویته تابش ۲۷ KV بوده است.

در ادامه، میزان چگالی نسبی و درصد تخلخل نمونههای نهایی با استفاده از روش غوطهوری ارشمیدس، در دمای محیط (۲۳ درجه سانتی گراد) تعیین گردید. در نهایت، ریزسختی (سختی ویکرز) سطح نمونههای تفجوشی شده با اعمال بار ۳۰۰ گرم در مدت زمان ۱۵ ثانیه، توسط دستگاه باریس^{*}، 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

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 می شود که دارای پهنای بسیار کمی بوده و می تواند ناشی از اعمال فشار پرس بر روی پودرهای ترد سرامیکی باشد [۲۶]. همچنین، ممکن است با توجه به هندسه زاویه دار جزء تقویت کننده پس از مرحله آسیاب کاری [۲۷ و ۲۸]، افزایش احتمال تشکیل ترک و شکست پودرهای SZZ و تجمع تصادفی گروهی از ذرات شکسته فوق که همراه با

¹ Portable

² AZAR

³ F11L

⁵ Olympus, GX536 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 نمونه های خام و تف جوشی شده



Table 3. Colored phase separation based on optical micrographs

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



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 G۳۰ 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 بهچشم 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 استحاله ZSZ در محدوده دمایی ۶۰۰ تا ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد پدید می آیند، می باشد [۳۲].

جهت بررسی جزئی تر جدایش های مشاهده شده در نمونه های خام و

نهایی با استفاده از نرمافزارهای آنالیز تصاویر، نسبت سطوح فاز گازی به جامد و نقشه سهبعدی 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 تقویت کننده و فرآیند تولید برمیزان شکل گیری 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 می گردد.

مطابق با جدول ۵، کمینه مقدار نسبت سطح دو فاز به یکدیگر در نمونههای خام، در قطعه G۳۰ مشاهده می شود. به نظر می رسد، کمتر بودن تعداد و طول ترکهای ایجاد شده در نمونه فوق به هنگام عملیات پرس، دلیل بروز حداقل جدایش در G۳۰ است.

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

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

 درصد نسبت سطحی (فاز آبی/ فاز زرد)	نمونه
 ۴۱	
	G۲۵
۲۲	STA
YY	5, 6
	G٣٠
٨۶	
	S٣٠
49	
~	GI ۵
۱ ω	S۳۵

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

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

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



S۳۰ بیشینه بوده و در دو نمونه دیگر، اعداد نسبی، نزدیک بههم هستند. بهنظر میرسد باتوجه 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 تقویت کننده 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 VSZ کاهش مییابد، در حالی که روند فوق برای نمونه VSZ % ۳۰٪ – ۳۰ 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 تخلخل ساز در مخلوط پودری که در مرحله گرمایش حذف میشود، پر رنگتر بوده است.

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

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 کاملا مسطح (بدون زبری) و عاری از جدایش بوده است. باتوجه به اینکه در تمامی نقشهها، بهجزء 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 ^ع، 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، تایید میکند. همچنین با

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

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 نسبتا قابل ملاحظه در لایههای میانی مشاهده میشود. در نمونه ۲۵ پهنای نسبتا قابل ملاحظه در لایههای میانی مشاهده میشود. در نمونه ۵۲۵ 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)، به جای جدایش کنترل کننده بازتاب نور از لایه میانی است. پراکندگی حضور به جای جدایش کنترل کننده بازتاب نور از لایه میانی است. پراکندگی حضور فاز متخلخل در مغز قرصها را میتوان در تصاویر میکروسکوپ الکترونی فاز متخلخل در مغز قرصها را میتوان در تصاویر میکروسکوپ الکترونی

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

قابل مشاهده است. برخی از پودرهای بههم چسبیده، اندازهای در حد اندازه پودر اولیه (در حد ۴۵ میکرومتر) دارند ولی بیشتر دانههای بههم چسبیده، دارای اندازهای زیر ۱۰ میکرومتر هستند. ساختار فوق نیز تاییدی بر خردایش مواد اولیه پودری حین آسیابکاری است. قرارگیری اجزای فاز جامد در کنار یکدیگر و چسبندگی آنان به یکدیگر، گویای انجامگرفتن کامل فرآیند تفجوشی می باشد. 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، بهمنظور 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

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

جدول ۸: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطوح نمونه ها در زمان های متفاوت سباده زنی

NiO-۳۵%wt.YSZ NiO-**~·%wt.YSZ** NiO-7&%wt.YSZ ثانيه صفر ثانیه ۶۰ ثانیه ۱۲۰ ثانیه ۱۸۰ ثانیه ۲۴۰ ثانيه 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-۳ · %wt.YSZ	NiO-Y&%wt.YSZ	
			ثانيه صفر
			ثانیه ۶۰
			ثانیه ۱۲۰
			ثانیه ۱۸۰
			ثانیه ۲۴۰
			ثانیه ۳۰۰

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 بهنظر 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 ^۲ 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، درصورتی 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، علی رغم 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 به ازای 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، بهعبارت 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، بهصورت خطوط خاکستری بدون پهنا دیده میشود؛ درحالیکه ترکهای عمقی، بهصورت خطوطی عریض و بهرنگ خاکستری تیره قابل تشخیص هستند. در جدول ۱۱، تصاویر رادیوگرافی نشان داده شده است.

1 Inter-Connected

همانطور که در جدول ۱۱ دیده می شود، بهترین نمونه از لحاظ عدم وجود ترک عمیق، قرص ۳۵۰ است و بیشترین ترک عمیق در نمونه S۲۵ که اتفاقا دارای بیشینه میزان چگالی است مشاهده می شود. لذا به نظر می رسد؛ بیشترین سهم فاز گازی در نمونه اخیر، مربوط به ترک است و حضور تخلخل سهم کم رنگ تری در پیدایش فاز گازی دارد. مطلب فوق، با نتایج حاصل از نسبت سطحی در کلمکس تطابق داشته و لذا به نظر می رسد با توجه به مجموع نتایج آنالیز تصویری و تصاویر رادیو گرافی، بیشینه سهم فاز گازی در قرص S۳۰ مربوط به تخلخل می باشد. بنابراین بهینه میزان نسبت وزنی پودرهای سرامیکی NiO و YSZ جهت تولید قرص های کامپوزیتی با استفاده از حداقل یک جزء محلولی ۷۰ به ۳۰ می باشد.

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 تقویت کننده سبب افت جریان پذیری پودر به هنگام پرس می گردد؛ که دلیلی بر کاهش میزان چگالی است. همچنین، مطابق با شکل ۴، با افزایش درصد وزنی تقویت کننده، علی رغم افزایش چگالی تئوري، چگالي تفجوشي كاهش يافته است. بهنظر ميرسد، مطلب فوق ناشی از تفاوت در شکل هندسی زمینه و تقویت کننده که بهترتیب صفحهای و گوشهدار هستند، می باشد. به عبارت دیگر، با افزایش مقدار YSZ گوشهدار، مقدار سطح ویژه مخلوط پودری افزایش یافته و درنتیجه جریان پذیری 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 تقویت کننده افزایش داده و درنتیجه 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 تقویت کننده، چگالی در نمونهها کاهش یافته است؛ اما نمونهای با بیشینه میزان چگالی (S۲۵)، دارای کمعمق ترین ترکها نیست؛ بلکه برعکس، عمق ترک در نمونه فوق بیشینه است. به عبارت دیگر، به نظر می رسد 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 می توان گفت نمونه ای ۳۰ درصد وزنی تقویت کننده ما بهازای استفاده از ۵۵ درصد وزنی نشاسته و ۸ درصد وزنی جزء محلولی، بیشترین میزان تخلخل را دارد.

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

درصد نسبت سطحی دوفاز (آبی تیره/آبی روشن)	نمونه
$\lambda\lambda/\Delta\lambda$	(•s) STD
۱۲۹/۸۶	(F·s) STD
8 • /VF	$(17 \cdot s) ST\Delta$
۱ • ۱/۷۸	$(\lambda \cdot s) SY\Delta$
V9/YY	(TF·s) STD
۵۱/۸۷	$(\mathbf{\tilde{r}\cdot s})$ SYD
۳۰/۱۸	(•s) ST•
। । भ /९९	(۶·s) ST·
V•/44	(1 ۲ • s) ST •
FT/• F	(۱۸۰s) ST۰
۱۴۵/۸۹	(۲۴ •s) S ۳ •
179/84	(* ••s) S * •
۳۷/۵۲	(•s) STD
87/8¥	$(\mathbf{\mathcal{F}} \cdot \mathbf{s})$ STD
٨٨/۶٠	$(17 \cdot s) STD$
۱۴۵/۳۵	(11.5) STD
1 6 9/89	(۲ ۴ •s) S۳Δ
۶۴/۸۳	$(\mathbf{v} \cdot \mathbf{s}) \operatorname{Smal}$

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

Table 11. X-Ray radiography images

جدول **۱۱:** تصاویر رادیوگرافی اشعه ایکس

NiO-۳۵%YSZ	NiO- \'v %YSZ	NiO-Y&%YSZ
	٠	P
		7



شكل ؟: نمودار چگالى نسبى قرصها بر حسب درصد وزنى فاز تقويت كننده

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

۳- ۴- ریزسختی

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

اعداد سختی بهوسیله مشاهده و اندازه گیری 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 ایتریای تقویت شده با زیر کونیا، تقریبا به ترتیب برابر با ۳۲۶، ۴۸۶ و ۳۶۱ ویکرز میباشد. که با درنظر 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 بهدلیل پایین بودن انتقال حرارت، در مرکز نمونه، به نسبت

بیشتر از از اطراف قرص بوده است. طی فرآیند تفجوشی، بهعلت 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 بهدنبال دارد. از آنجا که با افزایش اندازه دانه و رشد دانه، سختی کاهش مییابد، لذا سختی مغز نمونه کمتر از لبههای آن است. بهعبارت دیگر، طول ترکهای ایجاد شده، تابع ریزساختار ماده است [۳۵ و ۳۶].

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش کامپوزیتهای سرامیکی NiO/YSZ با درصدهای وزنی مختلف زمینه/تقویت کننده با استفاده از روش پرس سرد-تفجوشی و تنها درحضور 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 رطوبت گیری نهایی پیش از تفجوشی، و عدم شکست نمونهها بعد از انجام فرآیند تفجوشی، علی رغم 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.

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

 درصد وزنى تقويت كننده	طول ترک ایجاد شده (میکرومتر)	عدد سختی گزارش شده (ویکرز)
 ۲۵	۴۱	۳۳۱
۲۵	48	783
۲۵	۳۸	۳۸۵
٣٠	۳۸	۳۸۵
٣٠	۵/۳۰	۵۹۸
٣٠	۵/۳۴	418
۳۵	۴۳	۳۰۱
۳۵	۶۸	741
۳۵	٣٢	542

جدول ۱۲: نتایج ریزسختی قرصهای تفجوشی شده

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 لایه ای 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 می باشد.

۳– بیشترین سهم جدایش در نمونه ۵۳۰، ناشی از تخلخل است و نه ترک. مطابق با نتایج میکروسکوپ نوری و در ادامه نتایج آنالیز نرمافزاری، در حالت خام، بهعلت پراکندگی 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 تخلخل ساز نشاسته دانست. بهگونهای که دادههای ویکرز نیز با بیشینه میزان ریزسختی، استحکام مکانیکی مناسب را در نمونه فوق تایید مینمایند.

منابع

 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 coprecipitation, 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 gasdiffusion 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. Meulenberg, H. Nabielek, 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. Balázsi, C. Balázsi, 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

بی موجعه محمد ا