

مشخصه‌یابی کامپوزیت مس زیر کونیای پایدار شده با ایتریا تولید شده با تف -

جوشی پلاسمای جرقه‌ای

جعفر میرعظیمی^{۱*}، پروین عباچی^۲، کاظم پورآذرنک^۳، وحید بابایی^۴

۱- کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

۲- دانشیار، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

۳- استاد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

۴- کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

*jafarmirazimi@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۰۳/۰۲، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۴/۰۳/۲۵)

چکیده

در کاربردهایی مانند اتصالات الکتریکی کشویی، علاوه بر خواص مکانیکی قابل قبول به هدایت الکتریکی و حرارتی خوب نیاز است. گذشته از این، در این نوع کاربردها باید از جوش موضعی قسمت‌های مختلف قطعه جلوگیری شود. اگرچه افزودن ذرات سرامیکی به فلز هادی الکتریکی و حرارتی همچون مس موجب کاهش خواص فیزیکی فوق می‌شود، تولید کامپوزیت‌های زمینه مسی بهبود استحکام کششی، مقاومت سایشی و مقاومت در برابر جریان الکتریکی با آمپر بالا را در پی دارد. از این رو، در پژوهش حاضر کامپوزیت‌های پایه مس حاوی ۲، ۳ و ۵ درصد حجمی ذرات فوق ریزدانه زیر کونیای پایدار شده با ایتریا با استفاده از روش متالورژی پودر و تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای تولید شد. چگونگی توزیع ذرات تقویت کننده در ریز ساختار با استفاده از میکروسکوپ الکترونی به دقت مطالعه شد. مقادیر چگالی و سختی برینل اندازه گیری و هدایت حرارتی نمونه‌ها تعیین شد. بر اساس نتایج، ذرات تقویت کننده به صورت قابل قبولی در زمینه توزیع شده‌اند و خوشه‌ای شدن ذرات در ریزساختار چندان فاحش نیست. چگالی نسبی بیشتر از ۹۵٪ به علت نحوه تف جوشی برای همه نمونه‌ها بدست آمد. به دلیل حضور ذرات سرامیکی سخت زیر کونیای پایدار شده، افزایش ۶۰ درصدی در سختی برینل نمونه‌ی کامپوزیتی YSZ 5 vol.% Cu نسبت به نمونه مس تقویت نشده، مشاهده شد. همچنین، با افزایش مقدار زیر کونیای پایدار شده از صفر به ۵ درصد حجمی، مقادیر هدایت حرارتی تعیین شده از ۳۹۷ به ۲۴۱ W/m K کاهش یافت که این تغییرات می‌تواند به مشخصه‌های ریزساختاری از جمله درصد فاز تقویت کننده، درصد تخلخل، وجود ناخالصی‌ها و سایر عیوب ریزساختاری مربوط باشد.

واژه‌های کلیدی:

کامپوزیت‌های مس - زیر کونیای پایدار شده با ایتریا (Cu-YSZ)، متالورژی پودر، تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای، ریزساختار، هدایت حرارتی.

۱- مقدمه

از جمله ویژگی‌های بارز فلز مس می‌توان به شکل پذیری خوب، هدایت حرارتی - الکتریکی عالی، قیمت نسبتاً کم و فرآوری آسان آن اشاره کرد. با این وجود، خواص مکانیکی ضعیف آن

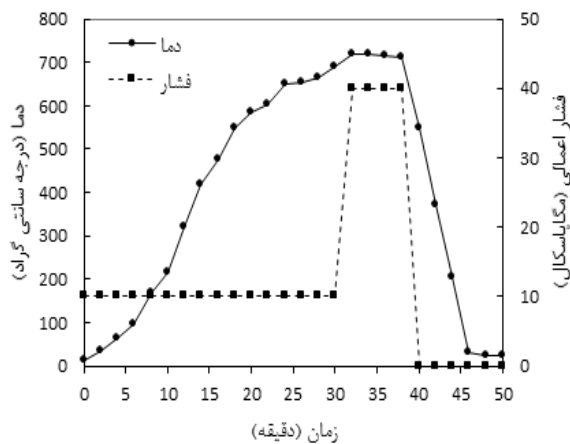
کاربردهای مس را محدود می‌کند [۱-۲]. یکی از راه‌های بهبود خواص مکانیکی و مقاومت سایشی مس، استحکام بخشی آن با استفاده از ذرات پراکنده و به عبارتی تولید کامپوزیت‌های پایه

نیروی محرکه تشدید کرد. در هر حال، هدف کاهش زمان و دمای تف جوشی بدون اثر نامطلوب به فرآیند چگالش است [۱۷]. از روش‌های مرسوم تف جوشی می‌توان به پرس سرد-تف جوشی، پرس گرم (HP) و پرس ایزوستاتیک گرم (HIP) اشاره نمود. روش پرس سرد-تف جوشی برای کامپوزیت‌های زمینه فلزی، به علت ضرایب انبساط حرارتی متفاوت اجزاء و تشکیل تنش‌های پسماند و احتمال ترک در زمینه به هنگام تف-جوشی قطعه خام با استحکام پایین توصیه نمی‌شود. روش‌های HP و یا HIP نیز به دلیل طولانی بودن زمان فرآیند موجب رشد قابل توجه ریزساختار می‌شود و دسترسی به خواص مطلوب در اثر دانه‌بندی ریز امکان‌پذیر نیست [۱۷]. برای اجتناب از این معایب می‌توان از تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای^۲ (SPS) استفاده کرد. SPS اساساً مدل بهینه‌سازی شده HP است و تنها تفاوت بنیادی در این است که در SPS جریان الکتریکی با آمپر بالا از میان قالب، سنبه‌ها و نمونه پودری یا نمونه خام عبور می‌کند و موجب گرمایش ژولی^۳ سریع نمونه می‌شود. در حالی که در HP نمونه با منبع گرمایش خارجی و بوسیله سیم‌پیچ‌های گرمایشی موجود در اطراف دیواره‌های محفظه خلاء گرم می‌شود [۱۸]. امروزه از روش SPS به دلیل داشتن مزایایی همچون کوتاهی زمان فرآیند، ریزساختار بهبود یافته (اندازه دانه کوچکتر) و نمونه‌هایی با چگالش تقریباً کامل در دماهای پایین‌تر نسبت به روش‌های مرسوم [۱۱، ۱۷، ۱۹-۲۰] در تف جوشی انواع مختلفی از مواد مهندسی استفاده می‌شود [۱۱، ۱۸، ۱۹-۲۱]. تاکنون از روش SPS برای تف جوشی مس خالص و برخی کامپوزیت‌های پایه مس استفاده شده است که پژوهشگران نتایج بسیار مناسبی از جمله چگالی نزدیک به چگالی نظری (بیشتر از ۹۸٪) و خواص مکانیکی خوب گزارش کرده‌اند [۳، ۲۲-۲۳].

در پژوهش حاضر نیز برای منسجم‌سازی نمونه‌های کامپوزیتی Cu-YSZ از SPS استفاده شده است که در کنار سایر پژوهشگران کمتر به این نوع ذرات تقویت‌کننده و روش تف-جوشی پرداخته شده است. اثر افزایش کسر حجمی فاز تقویت-

مس است [۳-۴]. از ویژگی‌های ضروری ذرات پراکنده به عنوان تقویت‌کننده می‌توان به پایداری ترمودینامیکی و شیمیایی، قابلیت نفوذ و انحلال پایین در زمینه مسی و انرژی فصل مشترک بالا در بین زمینه-ذره اشاره کرد [۳]. ذرات سرامیکی مختلفی مانند Al_2O_3 ، SiC ، TiB_2 و ترکیبات بین فلزی همچون Al_3Ti و Ni_3Al برای تقویت فلز مس استفاده شده است. زیرکونیای پایدار شده با ایتریا به صورت تترائگونال^۱ (T-YSZ) خواصی مناسبی مانند پایداری شیمیایی بالا، سختی (بیشتر از ۱۲ GPa [۵]) و مدول یانگ بالا (۲۱۰ GPa [۶])، استحکام و چقرمگی شکست قابل قبول دارد [۷-۸]. علی‌رغم وجود ویژگی‌های مورد نیاز ذکر شده در زیرکونیا، کاربرد آن به عنوان تقویت‌کننده در زمینه‌های فلزی به علت قیمت نسبتاً بالا محدود بوده است [۹-۱۰]. کامپوزیت‌های زمینه مسی تقویت‌شده با ذرات سرامیکی از خواص مناسبی مثل استحکام بهتر در دمای محیط، پایداری حرارتی، مقاومت سایشی، مقاومت در برابر قوس الکتریکی بالاتر نسبت به مس خالص و هدایت حرارتی-الکتریکی قابل قبول برخوردارند [۱۱]. به سبب این ویژگی‌ها، مواد کامپوزیتی زمینه فلزی در کاربردهای مختلفی همچون صنایع الکتریکی، هوافضا و خودرو سازی استفاده می‌شوند [۱۲]. از میان روش‌های متعددی [۱] که برای تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی به کار گرفته می‌شود، استفاده از روش متالورژی پودر به دلیل مزایای فراوان آن از جمله بهره‌برداری مطلوب از مواد اولیه، عدم نیاز به ماشینکاری در قطعات تولید شده، دقت ابعادی و کیفیت سطحی خوب، بسیار متداول است [۱۳-۱۶]. در یک روند از این روش مواد اولیه پودری پس از اختلاط تحت تف جوشی قرار می‌گیرد. مرحله تف جوشی تاثیر قابل توجهی روی خواص قطعه تولید شده دارد. تف جوشی را می‌توان به عنوان عملیات حرارتی لازم برای اتصال ذرات و تبدیل آن به ساختاری یکپارچه در اثر انتقال جرم با مکانیزم‌های متفاوت تعریف کرد. نیروی محرکه‌ی تف جوشی، تمایل سیستم برای کاهش انرژی است که این انرژی عمدتاً به صورت انرژی سطحی است. سینتیک فرآیند تف جوشی را می‌توان با تغییر دادن

استفاده شد. در انتها فرآیند تف جوشی با نرخ گرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ۲۵ در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۷۲۰ و زمان نگهداری ۵ دقیقه تحت فشار اولیه ۱۰ MPa در حین گرمایش و ۴۰ MPa در دمای نگهداری و تحت گاز محافظ آرگون انجام شد. در رابطه با دمای تف-جوشی، بسته به اندازه ذرات و فشار پرس، عموماً دمای تف-جوشی در روش‌های مرسوم تف جوشی مانند پرس-تف جوشی در حدود ۶۰۰ الی $^{\circ}\text{C}$ ۹۰۰ برای مس خالص انتخاب می-شود [۲۴]. از طرفی، همانطور که در بالا اشاره شد، در روش تف جوشی SPS نمونه صرفاً از بیرون گرم نمی-شود و گرمایش ژولی نیز دارد. بنابراین، مطابق کارهای قبلی که به تف جوشی مس خالص و کامپوزیت‌های زمینه مسی با تکنیک SPS پرداخته‌اند [۲۲-۲۵]، دمای تف جوشی $^{\circ}\text{C}$ ۷۲۰ انتخاب شد. پروفیل حرارتی و فشار اعمالی در حین فرآیند تف جوشی در شکل (۱) نشان داده شده است. مقادیر متوسط ولتاژ و آمپر جریان مستقیم اعمالی هم به ترتیب ۲-۳ ولت و ۱۵۰۰-۲۰۰۰ آمپر ثبت شد. شکل (۲-الف و ب) به ترتیب تصاویر نمونه خام (قبل از تف جوشی) و نمونه تف جوشی شده را نشان می-دهد.



شکل (۱): فرآیند تف جوشی نمونه‌های کامپوزیتی تف جوشی شده در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۷۲۰ به مدت ۵ دقیقه

پس از متالوگرافی نمونه‌های کامپوزیتی، ریزساختار و نحوه توزیع ذرات تقویت کننده در نمونه‌های تف جوشی شده به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FE-SEM) با مدل (MIRA 3) شرکت (TESCAN) جمهوری چک مطالعه شد.

کننده بر ریزساختار و برخی خواص فیزیکی و مکانیکی از جمله چگالی، هدایت حرارتی و سختی بررسی شده است.

۲- مواد و روش پژوهش

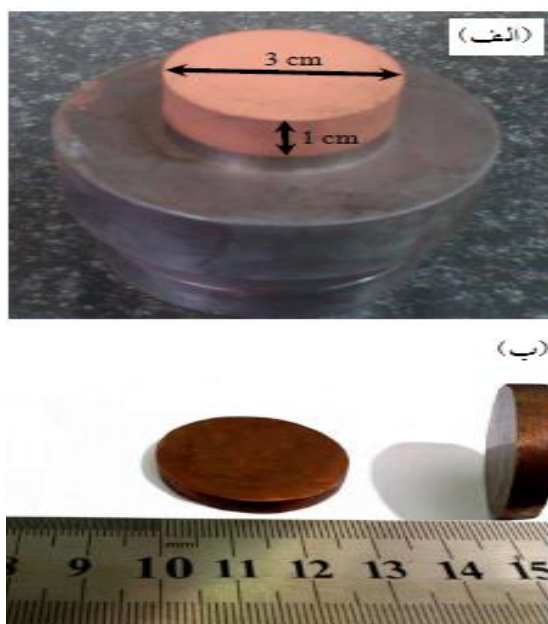
در این پژوهش از پودر مس (خلوص ۹۹/۸٪) با اندازه ذرات کمتر از ۶۳ میکرومتر، شرکت مرک (آلمان) و پودر اکسید زیرکونیم (ZrO_2) پایدار شده با اکسید ایتريم (Y_2O_3) (خلوص ۹۸٪) با میانگین اندازه ذرات ۱۵۰ نانومتر، شرکت سولزرمتکو^۵ آمریکا) به عنوان مواد اولیه استفاده شد. توزیع اندازه ذرات YSZ با استفاده از دستگاه آنالیز تفرق دینامیکی نور^۶ (DLS) با شماره سریال (MAL1001767) ساخت شرکت (MALVER INSTRUMENTS) انگلستان اندازه گیری شد. به منظور تعیین درصد مولی ایتريای موجود در ساختار زیرکونیا از دستگاه آنالیز فلورسانس اشعه ایکس (XRF) با مدل (XEPOS) ساخت شرکت (SPECTRO) آمریکا استفاده شد. ساختار کریستالی YSZ به کمک دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) با مدل (STADIP) ساخت شرکت (STOE) آلمان تعیین شد. پس از توزین مناسب پودرهای اولیه با نسبت‌های حجمی مشخص (۲، ۳ و ۵ درصد حجمی YSZ) مخلوط‌های پودری در داخل مخلوط-کن سیاره‌ای با مدل (Turbula T2C) ساخت شرکت (Willey Bachhofen) سوئیس و اختلاط به مدت یک ساعت تهیه شدند. پیش از اختلاط، ذرات تقویت کننده بسیار ریز به منظور شکسته شدن توده‌های کلوخه‌ای شکل در داخل دستگاه آلتراسونیک پراورزی قرار داده شدند. به این ترتیب، توزیع مناسب و یکنواخت ذرات در داخل نمونه‌های کامپوزیتی تامین می‌شود. برای منسجم‌سازی، ابتدا نمونه‌های مخلوط پودری در داخل دستگاه پرس دستی ساخت شرکت شهاب ماشین ایران قرار گرفتند و با اعمال فشار ۱۰۰ MPa در یک قالب فولادی به قطر ۳ cm نمونه‌های خام تهیه شدند. نمونه‌های خام سپس در داخل قالب دستگاه SPS با مدل (SPS-20T-10) ساخت شرکت (EFMPT) چین قرار گرفتند. برای جلوگیری از چسبیدن نمونه به قالب از یک لایه نازک گرافیتی به ضخامت یک میلی‌متر

شد. سپس، مقادیر هدایت حرارتی نمونه‌های کامپوزیتی با استفاده از قانون ویدمن-فرنز^۹ به صورت زیر محاسبه شد:

$$k/\sigma = LT \quad (1)$$

که در این رابطه k ، هدایت حرارتی بر حسب $W/m K$ ، T دمای مطلق بر حسب K ، σ هدایت الکتریکی بر حسب $\Omega^{-1}m^{-1}$ ، و $L = 2.45 \times 10^{-8} W\Omega/K^2$ عدد لورنز^{۱۰} است [۲۴]. لازم به ذکر است که به منظور مقایسه نتایج چگالی سنجی، سختی سنجی و نیز هدایت حرارتی نمونه‌های کامپوزیتی، یک نمونه مس خالص نیز در شرایط برابر تولید شد.

برای بررسی توزیع عناصر، نقشه اشعه ایکس^۷ توزیع عناصر از نمونه‌ها تهیه شد. آنالیز خطی تفکیک انرژی^۸ نیز از نمونه‌ها انجام شد. چگالی نمونه‌ها با استفاده از کیت ویژه بر مبنای اصل ارشمیدس و ترازوی با دقت چهار رقم اعشار بر حسب گرم اندازه‌گیری شد. سختی نمونه‌ها در مقیاس برینل با بار اعمالی ۳۰ کیلوگرم به مدت زمان ۳۰ ثانیه اندازه‌گیری شد. مقاومت الکتریکی نمونه‌ها با استفاده از میکرو-اهم‌متر دقیق با مدل (LCR-8110G) ساخت شرکت (GWINSTEK) تایوان اندازه‌گیری شد. برای تعیین هدایت حرارتی نمونه‌ها، مقادیر مقاومت الکتریکی ویژه تعیین و به واحد بین‌المللی رسانایی استاندارد مس آنیل شده (IACS) مطابق استاندارد ASTM B193 تبدیل



شکل (۲): (الف): تصویر نمونه خام (قبل از تف‌جوشی) خارج شده از دستگاه پرس دستی با قطر ۳ و ارتفاع تقریبی ۱ سانتی‌متر و (ب): تصویر نمونه تف‌جوشی شده در دمای $720^{\circ}C$ خارج شده از دستگاه SPS

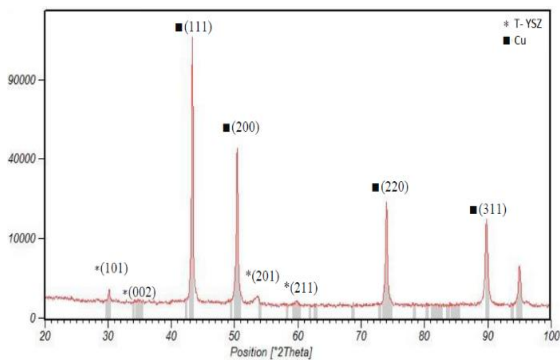
۳- نتایج و بحث

۳-۱- مشخصه‌یابی و بررسی‌های ریزساختاری

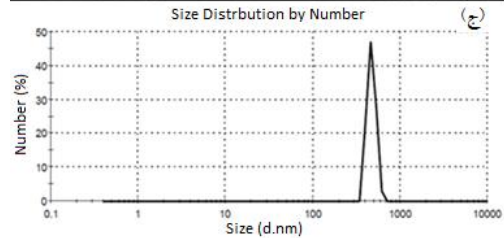
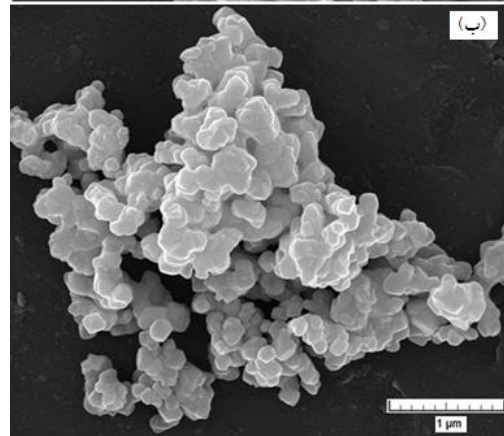
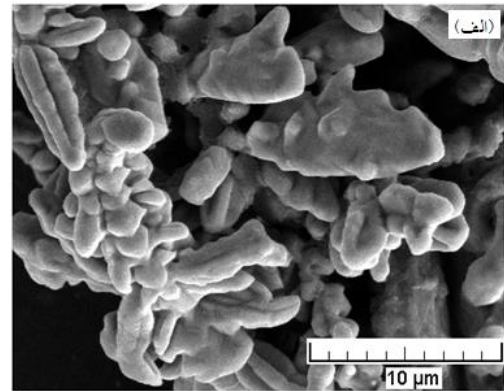
نانومتر بدست آمد. اندازه بزرگتر ذرات به دلیل کلوخه‌ای شدن آنها است که روش DLS قادر به تفکیک بهتر اندازه ذرات از هم دیگر نیست و همانطور که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده می‌شود، اندازه متوسط ذرات تقویت‌کننده کمتر از ۱۵۰ نانومتر است.

شکل (۳-الف و ب) به ترتیب مورفولوژی ذرات پودر مس الکترولیتی و YSZ اولیه را نشان می‌دهد. در شکل (۳-ج)، توزیع اندازه ذرات YSZ دیده می‌شود. گستره اندازه ذرات نسبتاً باریک است و اندازه اغلب ذرات نیز در پیک اول برابر ۴۷۰

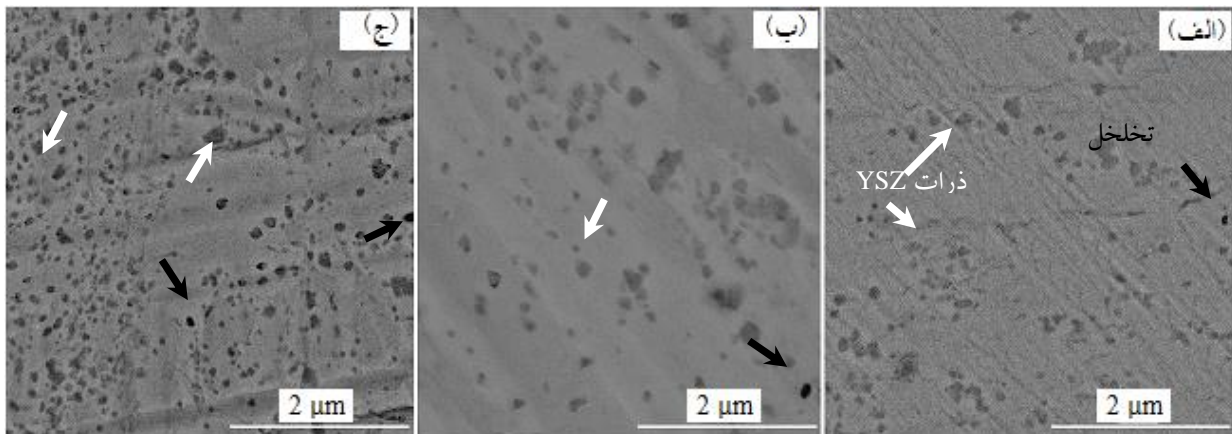
با آنالیز شیمیایی ذرات پودری YSZ با استفاده از دستگاه XRF مقدار درصد وزنی اکسید ایتريم ۷/۰۹ (معادل ۴/۷ درصد مولی) بدست آمد. بنابراین، طبق گزارش ارائه شده [۲۶] و نیز الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری YSZ 5 vol.% Cu که در شکل (۴) مشاهده می‌شود، اکسید زیرکونیم به صورت تتراگونال پایدار شده است. اندازه کوچک ذرات تقویت کننده و همچنین مقدار کم آنها در مخلوط پودری دلیل ضعیف بودن پیک‌های مربوطه است. شکل (۵) تصاویر سطح نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ۲، ۳ و ۵ درصد حجمی YSZ پس از تف جوشی با SPS را نشان می‌دهد. توزیع نسبتاً یکنواخت ذرات تقویت کننده در زمینه‌ی مسی را می‌توان مشاهده کرد. وجود مقادیر بسیار جزئی تخلخل در سطح نمونه‌ها نشان از کیفیت و چگالش بالای آنها با فرآیند SPS است.



شکل (۴): الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه مخلوط پودری Cu-5 vol.% YSZ

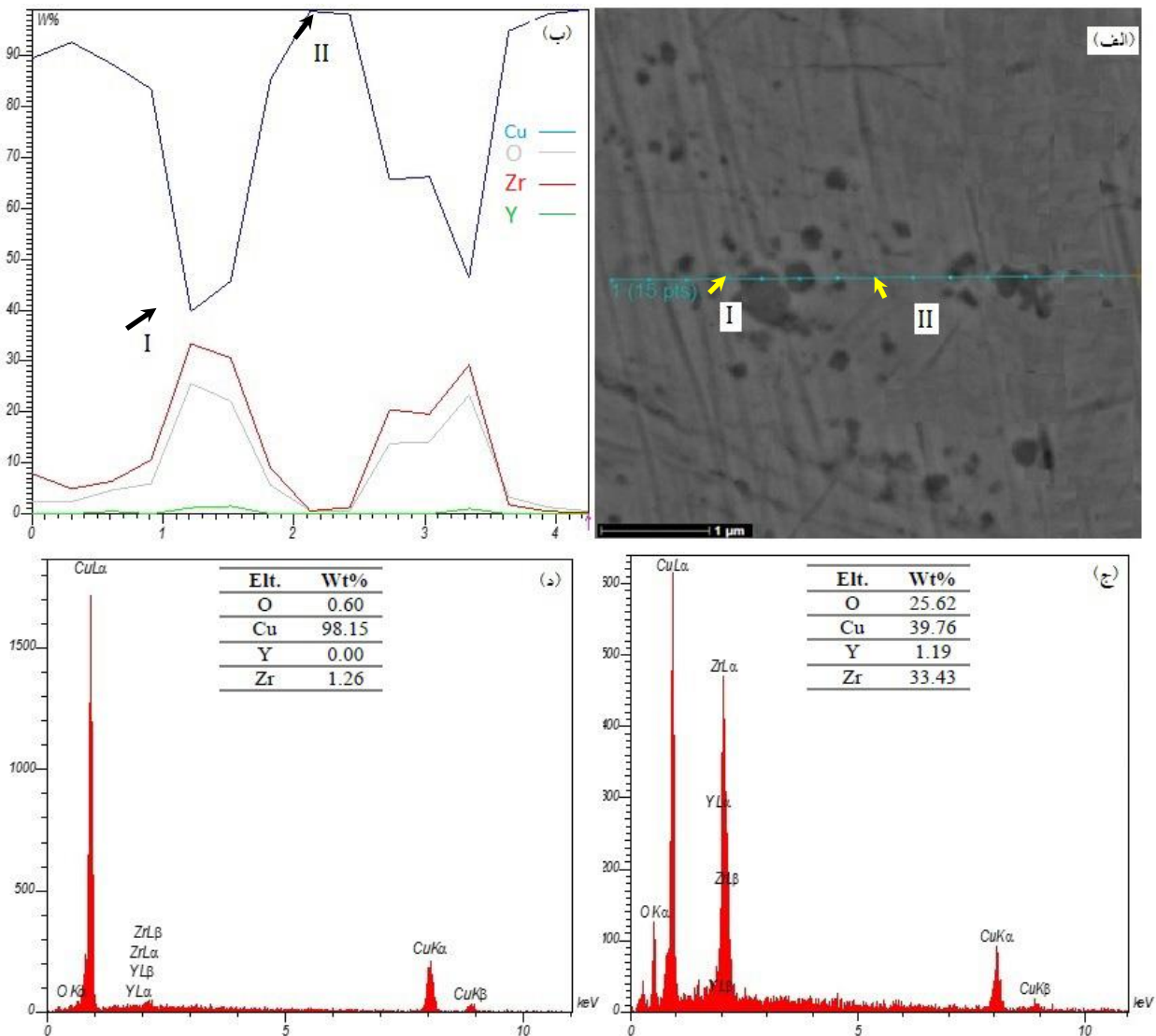


شکل (۳): (الف): تصویر میکروسکوپی ذرات پودری مس، (ب): ذرات پودری YSZ و (ج): توزیع اندازه ذرات YSZ با استفاده از دستگاه آنالیز تفرق دینامیکی نور



شکل (۵): تصاویر FESEM از ریز ساختار نمونه‌های کامپوزیتی حاوی (الف): ۲، (ب): ۳ و (ج): ۵ درصد حجمی YSZ پس از تف جوشی با SPS. پیکان‌های سفید رنگ ذرات YSZ و پیکان‌های سیاه رنگ تخلخل را نشان می‌دهد

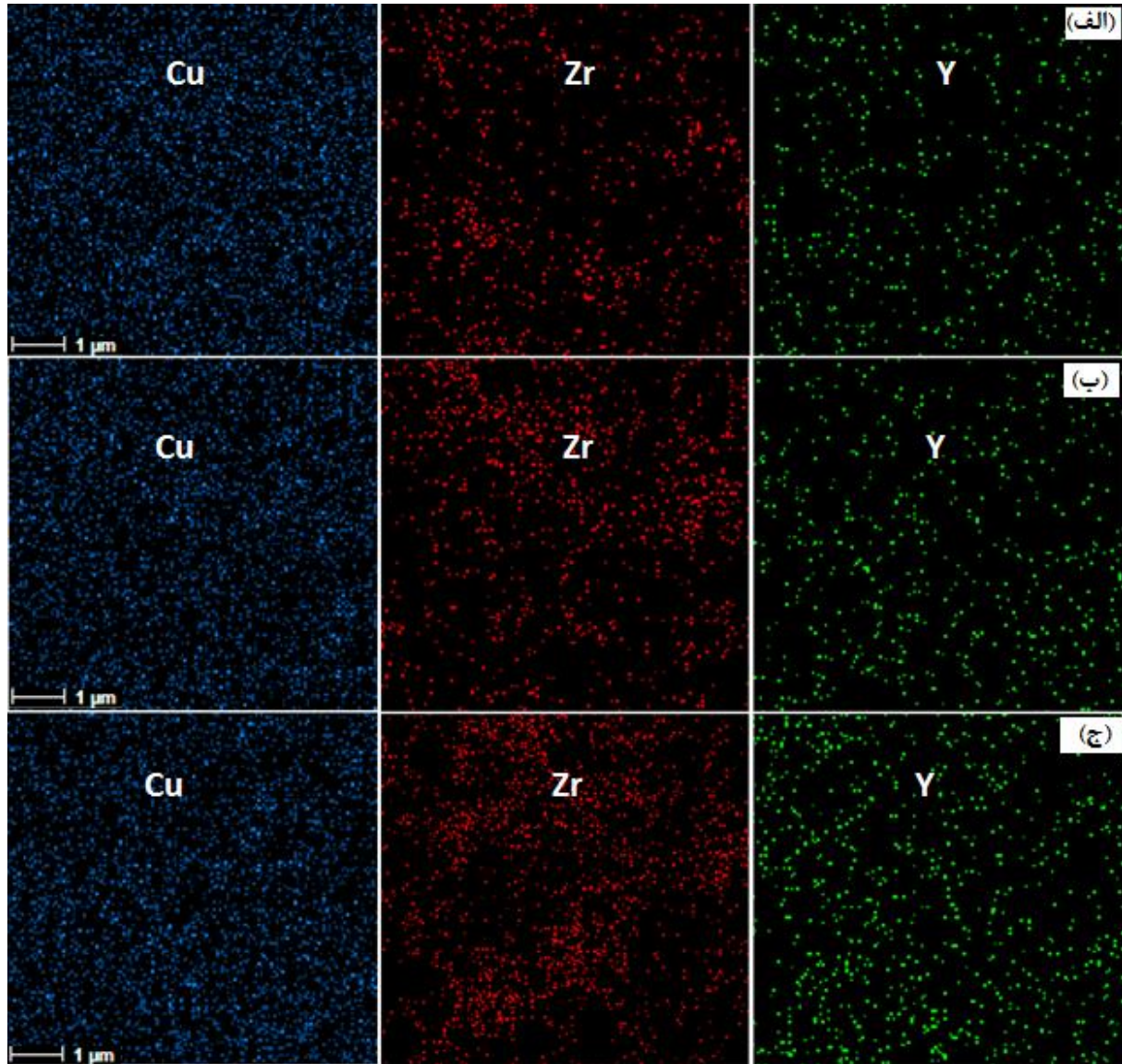
نتایج آزمون آنالیز خطی تفکیک انرژی نمونه‌ی حاوی ۲ درصد حجمی تقویت کننده در شکل (۶) نشان داده شده است.



شکل (۶): (الف): آنالیز خطی طیف پراش انرژی از ۱۵ نقطه متوالی از سطح نمونه‌ی Cu-2 vol.% YSZ. (ب): مقادیر نسبی عناصر موجود در ۱۵ نقطه‌ی مشخص شده در (الف) و (ج): طیف پراش انرژی مربوط به نقطه I به همراه مقادیر درصد وزنی عناصر در این نقطه و (د): طیف پراش انرژی مربوط به نقطه II به همراه مقادیر درصد وزنی عناصر در این نقطه

عناصر در شکل (۶-ج و د) نیز مشخص می‌شود که نقاط تیره‌تر مربوط به فاز تقویت کننده و نواحی روشن‌تر مربوط به فاز زمینه است. نقشه اشعه ایکس توزیع عناصر در نمونه‌های حاوی ۲، ۳ و ۵ درصد حجمی YSZ در شکل (۷) دیده می‌شود.

مقادیر درصد وزنی عناصر موجود در دو نقطه مشخص شده به همراه طیف تفکیک انرژی مربوطه نیز در شکل (۶-ج و د) آمده است. با توجه به شکل (۶-الف و ب) عدم وجود تخلخل در فصل مشترک ذرات و زمینه، نشان از استحکام خوب در فصل مشترک بین دو فاز است. با توجه به مقادیر درصد وزنی

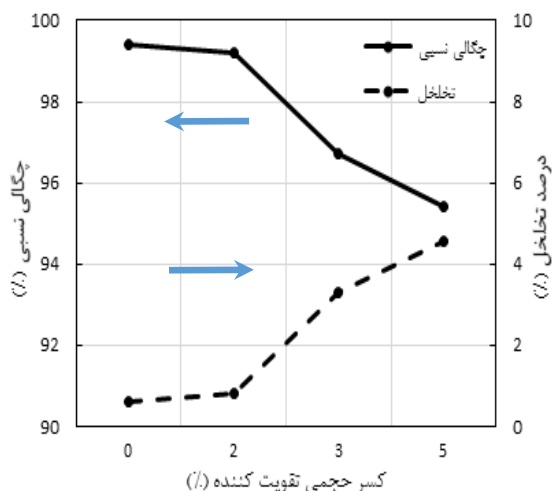


شکل (۷): نقشه اشعه ایکس توزیع عناصر مس، زیرکونیوم و ایتریم در نمونه‌های حاوی (الف): ۲، (ب): ۳ و (ج): ۵ درصد حجمی YSZ

توزیع همگن ذرات تقویت کننده تاثیر بسیار قابل توجهی در بهبود خواص کامپوزیت‌ها دارد. در نتیجه، برای جلوگیری از تجمع ذرات تقویت کننده، به جای روش مخلوط‌سازی ساده پودرهای اولیه در درصد‌های بالای تقویت کننده می‌توان از آسیاب مکانیکی پر انرژی در زمان طولانی استفاده کرد. با این حال، در روش آسیاب مکانیکی معایبی نیز وجود دارد. از جمله این که فشرده‌پذیری ذرات در اثر انجام کار سرد کاهش می‌یابد. علاوه بر این آلودگی زیاد پودر، یکپارچگی چگالش را در حین

مقدار بالای فاز زمینه مسی نسبت به سایر عناصر در تمامی نمونه‌ها مشهود است. با توجه به شکل (۷-الف) توزیع عناصر زیرکونیوم و ایتریم در کامپوزیت YSZ 2 vol.% Cu بسیار مناسب و یکنواخت به نظر می‌رسد و خوشه‌های ذرات YSZ مشاهده نمی‌شود. در حالی که در نمونه YSZ 5 vol.% Cu تجمع و تشکیل شدن خوشه‌هایی از ذرات تقویت کننده در بعضی نواحی مشاهده می‌شود.

مانع تغییر شکل پلاستیک در حین پرس عمل کرده و از چگالش بیشتر جلوگیری می‌کند. علاوه بر این، عموماً افزایش احتمال تجمع ذرات تقویت‌کننده و تمایل به خوشه‌ای شدن آنها منجر به کاهش چگالی با افزایش کسر حجمی نیز می‌شود. مقایسه مقادیر چگالی نسبی نمونه‌های تف‌جوشی شده با نتایج کارهای انجام شده توسط ریتاسالو و همکارانش^{۱۱} [۳، ۱۷] که با استفاده از روش تف‌جوشی مشابه نمونه‌های کامپوزیتی Cu-Al₂O₃ و Cu-Cu₂O را تولید نموده‌اند، نشان می‌دهد که پارامترهای تف-جوشی مانند نرخ گرمایش، دمای تف‌جوشی، زمان نگه‌داری و نیز فشار اعمالی به درستی انتخاب شده است.



شکل (۸): مقادیر چگالی نسبی و درصد تخلخل نمونه‌های کامپوزیتی

۳-۳-۳- سختی سنجی

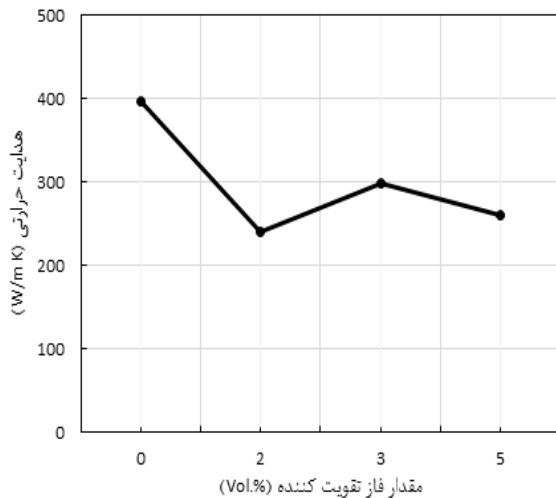
نتایج بدست آمده از آزمون سختی سنجی در مقیاس برینل در شکل (۹) نشان داده شده است. مطابق شکل، سختی نمونه مس خالص در نتیجه حضور ۵ درصد حجمی ذرات سخت سرامیکی از حدود ۵۰ به حدود ۸۰ kg/mm² افزایش یافته است. این در حالی است که فتحی و همکارانش [۲۹] عدد سختی ۷۹/۴ در مقیاس برینل را برای نانو کامپوزیت Cu-12.5 wt.% Al₂O₃ تولید شده به روش پرس-تف‌جوشی گزارش کرده‌اند.

تف‌جوشی تحت تاثیر قرار می‌دهد [۲۷]. عدم فشرده‌پذیری مناسب و آلودگی سبب افت قابل توجه هدایت الکتریکی و حرارتی می‌شود. علاوه بر این، عیب دیگری که در آسیاب مکانیکی فلزات نرم هم‌چون مس وجود دارد این است که در درصدهای پایین تقویت‌کننده (بر خلاف درصدهای بالا) به علت شکل‌پذیری بالای فاز زمینه‌ی نرم و فرآیند تبلور مجدد دینامیکی در حین آسیاب، جوش خوردن ذرات زمینه به یکدیگر بیشتر شده و اندازه ذرات به مقدار قابل توجهی بزرگ می‌شود که این اندازه بزرگ ذرات می‌تواند سبب مشکلات متعددی در فرآیند تف‌جوشی شود [۲۸].

۳-۲- چگالی سنجی

با در نظر گرفتن مقادیر ۶/۰۵ gr/cm³ [۶] و ۸/۹۶ [۱۷] به ترتیب به عنوان چگالی نظری مس خالص و T-YSZ، چگالی نسبی و سپس درصد تخلخل نمونه‌ها محاسبه شد. مقادیر بدست آمده در شکل (۸) نشان داده شده است. مقایسه مقادیر چگالی نسبی بدست آمده برای نمونه‌های کامپوزیتی پایه مس تقویت شده با ذرات سرامیکی مختلف که با استفاده از سایر روش‌های تف-جوشی تولید شده‌اند [۱۵-۲۹] نشان می‌دهد که روش SPS منجر به چگالش تقریباً کامل نمونه‌های کامپوزیتی به ویژه در درصد‌های پایین فاز تقویت‌کننده می‌شود. Ding و همکارانش [۹] مقدار چگالی نسبی نانو کامپوزیت Cu-5vol. % ZrO₂ تولید شده به روش تف‌جوشی مرسوم را ۷۲/۴٪ گزارش کرده‌اند و این در حالی است که در این پژوهش این مقدار بیشتر از ۹۵٪ برای نمونه با درصد فاز تقویت‌کننده برابر بدست آمده است. بدین ترتیب، اهمیت فرآیند تولید و تف‌جوشی در بهبود خواص قطعات تولیدی آشکار می‌شود. با این حال، افزایش کسر حجمی ذرات تقویت‌کننده منجر به کاهش چگالی نمونه‌ها شده است. ذرات مس به دلیل نرمی در حین پرس، تغییر شکل پلاستیک می‌دهند و در حین تف‌جوشی در اثر مکانیزم‌های متفاوت نفوذ، محل‌گلوئی بین ذرات پر می‌شود که در اثر این عوامل چگالش بالا بدست می‌آید. اما حضور ذرات سخت سرامیکی به عنوان

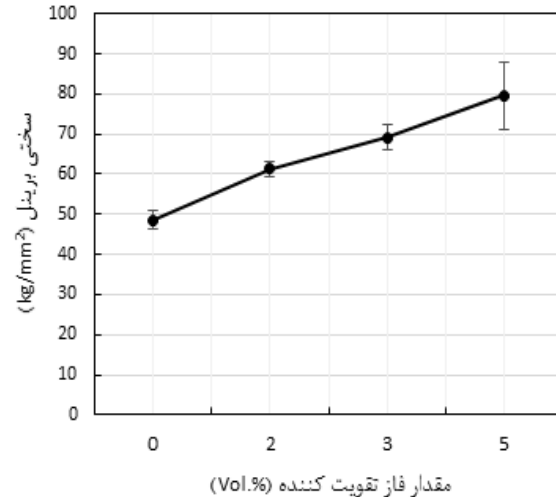
چشم پوشی می شود. به دلیل پایین بودن هدایت حرارتی T-YSZ در نمونه های کامپوزیتی طبق قانون ساده مخلوطها وجود این ذرات موجب کاهش هدایت حرارتی می شود. پایین بودن هدایت حرارتی نمونه ی Cu-2 vol.% YSZ از سایر نمونه های کامپوزیتی احتمالاً به دلیل ورود ناخالصی ها در حین متالوگرافی به سطح نمونه و/ یا اکسید شدن سطح نمونه قبل از تعیین مقادیر هدایت الکتریکی است. با این حال، نتایج بدست آمده برای هدایت حرارتی نمونه های کامپوزیتی و مس خالص قابل مقایسه با نتایج کار فتحی و همکارانش [۳۱] است و این در حالی است که روند تولید نمونه، میزان تخلخل و نیز اندازه، درصد و نوع ذرات سرامیکی در نتایج بدست آمده تاثیر گذار است.



شکل (۱۰): هدایت حرارتی محاسبه شده برای نمونه مس خالص و کامپوزیت های Cu-YSZ بر حسب مقدار YSZ

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، کامپوزیت های زمینه مسی تقویت شده با ذرات فوق ریز دانه T-YSZ به روش متالورژی پودر و با استفاده از تف جوشی پلاسمای جرقه ای تولید شد. نتایج مطالعات ریزساختاری نشان داد که روش اختلاط ساده با بکارگیری دستگاه آلتراسونیک پیش از اختلاط ذرات پودری برای پراکنده شدن بهتر ذرات تقویت کننده، روشی سریع، آسان، ارزان، بدون وارد شدن ناخالصی و هرگونه آلودگی به مواد اولیه است. با این حال، خوشه ای شدن و عیوب ریز ساختاری در نمونه Cu-5



شکل (۹): مقادیر سنجی برینل در مقیاس برینل برای نمونه مس خالص و کامپوزیت های Cu-YSZ بر حسب مقدار تقویت کننده

وجود ذرات سرامیکی سخت تر در زمینه فلزی، کاهش اندازه دانه و تشکیل نابیجایی های جدید در اثر حضور ذرات تقویت کننده سبب استحکام بخشی مواد کامپوزیتی از طریق مکانیزم های پراکنده سنجی می شود [۳۰].

۳-۴- هدایت حرارتی

با توجه به اعداد هدایت الکتریکی و رابطه (۱)، هدایت حرارتی نمونه مس خالص در دمای ۲۹۸ K در حدود ۳۹۷ W/m K بدست آمد. مقادیر هدایت حرارتی محاسبه شده نمونه های کامپوزیتی در دمای محیط نیز در شکل (۱۰) نشان داده شده است.

انتقال حرارت در مواد فلزی عمدتاً بر اساس حرکت الکترون های آزاد و/ یا عموماً حامل های بار است [۳۱]. به طور کلی، وجود ناخالصی ها و تخلخل، الکترون ها را پراکنده کرده و به صورت یک مانع از انتقال مستقیم الکترون های آزاد جلوگیری می کنند. بنابراین، نمونه های چگال به دلیل کمتر بودن تخلخل از انتقال حرارت مناسبی برخوردار هستند. ذرات سرامیکی در پراکنده کردن حامل های بار و الکترون های آزاد نیز نقش دارند. البته در مدل های ریاضی مربوط به تعیین مقادیر هدایت حرارتی نمونه های کامپوزیتی (مانند رابطه (۱)) از وجود چنین نقایصی

Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, pp. 2537-2547, 2009.

- [7] C. L. Yang, H. I. Hsiang, & C. C. Chen, "Characteristics of yttria stabilized tetragonal zirconia powder used in optical fiber connector ferrule", *Ceramics International*, Vol. 31, pp. 297-303, 2005.
- [8] B. V. M. Kumar, W. S. Kim, S. H. Hong, H. T. Bae & D. S. Lim, "Effect of grain size on wear behavior in Y-TZP ceramics", *Materials Science and Engineering*, Vol. 527A, pp. 474-479, 2010.
- [9] J. Ding, N. Zhao, Ch. Shi, X. Du & J. Li, "In situ formation of Cu-ZrO₂ composites by chemical routes", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 425, pp. 390-394, 2006.
- [10] G. Iepure, I. Vida-Simiti, N. Jumate, M. Ciudas, V. Hotea & I. Juhasz, "Effect of ZrO₂ particles upon Cu-ZrO₂ material used for the spot welding electrodes", *metallurgia international*, Vol. 14, pp. 21-24, 2009.
- [11] C. A. Leon, G. Rodriguez-Ortiz, M. Nanko & E. A. Aguilar, "Pulsed electric current sintering of Cu matrix composites reinforced with plain and coated alumina powders", *Powder Technology*, Vol. 252, pp. 1-7, 2014.
- [12] K. Dash, B. C. Ray & D. Chaira, "Synthesis and characterization of copper-alumina metal matrix composite by conventional and spark plasma sintering", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 516, pp. 78-84, 2012.
- [13] M. R. Akbarpour, E. Salahi, F. Alikhani Hesari, A. Simchi & S. H. Kim, "Microstructure and compressibility of SiC nanoparticles reinforced Cu nanocomposite powders processed by high energy mechanical milling", *Ceramics International*, Vol. 40, pp. 951-96, 2014.
- [14] S. F. Moustafa, Z. Abdel-Hamid & A. M. Abdelhay, "Copper matrix SiC and Al₂O₃ particulate composites by powder metallurgy technique", *Materials Letters*, Vol. 53, pp. 244-249, 2002.
- [15] F. Shehata, A. Fathy, M. Abdelhamid & S. F. Moustafa, "Preparation and properties of Al₂O₃ nanoparticle reinforced copper matrix composites by in situ processing", *Materials & Design*, Vol. 30, pp. 2756-2762, 2009.
- [16] I. Çelikyürek, N. O. Korpe, T. Olcer & R. Gurler, "Microstructure, Properties and Wear Behaviors of

Vol.% YSZ باعث افزایش تخلخل نسبت به نمونه‌ی مس خالص و کامپوزیت Cu-2 Vol.% YSZ شده است. نتایج بدست آمده از آزمون چگالی سنجی نشان داد که روش SPS می‌تواند برای کامپوزیت‌های زمینه فلزی روش مناسب‌تری نسبت به روش‌های مرسوم تفجوشی باشد. با توجه به نتایج بدست آمده، افزودن اندک ذرات تقویت کننده زیرکونیای پایدار شده با ایتریا موجب بهبود قابل قبول سختی نمونه‌های کامپوزیتی می‌شود. این در حالی است که مقادیر هدایت حرارتی نمونه‌ها با افزایش کسر حجمی ذرات تقویت کننده کاهش را نشان می‌دهد.

۵- مراجع

- [1] M. R. Akbarpour, E. Salahi, F. Alikhani Hesari, E. Y. Yoon, S. H. Kim & A. Simchi, "Microstructural development and mechanical properties of nanostructured copper reinforced with SiC nanoparticles", *Materials Science and Engineering*, Vol. 568A, pp. 33-39, 2013.
- [2] F. Akhtar, S. J. Askari, K. A. Shah, X. Du & Sh. Guo, "Microstructure, mechanical properties, electrical conductivity and wear behavior of high volume TiC reinforced Cu-matrix composites", *Materials Characterization*, Vol. 60, pp. 327-336, 2009.
- [3] R. Ritasalo, X. W. Liua, O. Soderberg, A. Keski-Honkola, V. Pikanen & S. P. Hannula, "The Microstructural Effects on the Mechanical and Thermal Properties of Pulsed Electric Current Sintered Cu-Al₂O₃ Composites", *Procedia Engineering*, Vol. 10, pp. 124-129, 2011.
- [۴] ز. سید رثوفی، ح. تقیان و س. شبستری، "مطالعه و آنالیز فازی پودر نانو کامپوزیت Cu-Al₂O₃ ساخته شده با روش ترموشیمیایی"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال سوم، شماره سوم، پاییز ۱۳۸۸.
- [5] M. Abdullah, J. Ahmad, M. Mehmood, H. Waqas & M. Mjahid, "Effect of deflocculants on hardness and densification of YSZ-Al₂O₃ (whiskers & amp; particulates) composites", *Composites Part B: Engineering*, Vol. 43, pp. 1564-1569, 2012.
- [6] D. Maeland, C. Suci, I. Wearnhus & A.C. Hoffman, "Sintering of 4YSZ (ZrO₂ + 4 mol% Y₂O₃) nanoceramics for solid oxide fuel cells (SOFCs), their structure and ionic conductivity",

- [25] Z. H. Zhang, F. C. Fang, L. Wang & S. K. Li, "Ultrafine-grained copper prepared by spark plasma sintering process", *Materials Science and Engineering*, Vol. 476A, pp. 201-205, 2008.
- [26] A. G. Mawson, G. A. Carter, R. D. Hart, N. M. Kirby & A.C. Nachmann, "Mechanical Properties of 8 Mole% Yttria-Stabilised Zirconia for Solid Oxide Fuel Cells", In *Materials Forum*. Vo. 30, pp. 148-158, 2006.
- [27] M. R. Akbarpour, E. Salahi, F. Alikhani Hesari, S. H. Kim & A. Simchi, "Effect of nanoparticle content on the microstructural and mechanical properties of nano-SiC dispersed bulk ultrafine-grained Cu matrix composites", *Materials & Design*, Vol. 52, pp. 881-887, 2013.
- [28] S. C. Tjong, "Carbon nanotube reinforced composites: metal and ceramic matrices", *John Wiley & Sons*, pp. 54-56, 2009.
- [29] A. Fathy, F. Shehata, M. Abdolhameed & M. Elmahday, "Compressive and wear resistance of nanometric alumina reinforced copper matrix composites", *Materials & Design*, Vol. 36, pp. 100-107, 2012.
- [۳۰] ف. شجاعی پور، پ. عباچی، ک. پورآذرنگک و ا. ح. مغنیان، "بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی نانو کامپوزیت مس/اکسید کروم تولید شده به روش آلیاژ سازی مکانیکی و اکسیداسیون داخلی"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال پنجم، شماره دوم، تابستان ۱۳۹۰.
- [31] A. Fathy & O. El-Kady, "Thermal expansion and thermal conductivity characteristics of Cu-Al₂O₃ nanocomposites", *Materials & Design*, Vol. 46, pp. 355-359, 2013.
- (Ni₃Al)_p Reinforced Cu Matrix Composites", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 27, pp. 937-943, 2011.
- [17] R. Ritasalo, M. E. Cura, X. W. Liu, Y. Ge, T. Kosonen, U. Kanerva, O. Soderberg & S. P. Hannula, "Microstructural and mechanical characteristics of Cu-Cu₂O composites compacted with pulsed electric current sintering and hot isostatic pressing", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 45, pp. 61-69, 2013.
- [18] B. R. Golla & B. Basu, "Spark Plasma Sintering of Nanoceramic Composites", in *Comprehensive Hard Materials*, V.K. Sarin, Editor, Elsevier: Oxford, pp. 177-205, 2014.
- [19] Z. H. Zhang, Z. F. Liu, J. F. Lu, X. B. Shen, F. C. Wang & Y. D. Wang, "The sintering mechanism in spark plasma sintering—Proof of the occurrence of spark discharge", *Scripta Materialia*, Vol. 81, pp. 56-59, 2014.
- [20] R. Orrù, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti & G. Cao, "Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering", *Materials Science and Engineering, Reports*, Vol. 63R, pp. 127-287, 2009.
- [21] X. Tang, H. Zhang, D. Du, D. Qu, C. Hu, R. Xie & Y. Feng, "Fabrication of W-Cu functionally graded material by spark plasma sintering method", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 42, pp. 193-199, 2014.
- [22] W. Zein Eddine, P. Matteazzi & J. P. Celis, "Mechanical and tribological behavior of nanostructured copper-alumina cermets obtained by Pulsed Electric Current Sintering", Vol. 297, pp. 762-773, 2013.
- [23] R. Ritasalo, M. E. Cura, X. W. Liu, O. Soderberg, T. Ritvonen & S. P. Hannula, "Spark plasma sintering of submicron-sized Cu-powder Influence of processing parameters and powder oxidation on microstructure and mechanical properties", *Materials Science and Engineering*, Vol. 527A, pp. 2733-2737, 2010.
- [24] R. M. German, "Sintering: from empirical observations to scientific principals", *Butterworth-Heinemann*, pp. 136, 2014.

۶- پی نوشت

- [1] Tetragonally Yttria Stabilized Zirconia
 [2] Spark Plasma Sintering
 [3] Joule Heating
 [4] Merck
 [5] Sulzer Metco
 [6] Dynamic Light Scattering
 [7] X-ray mapping
 [8] EDS Linescan
 [9] Wiedemann-Franz Low
 [10] Lorenz number
 [11] Ritasalo et al.