# بررسی تأثیر افزودن نایوبیوم و گرافیت بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت آنتروپی متوسط TaC-VC-ZrC

کامران گیلاسی دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران، gilasi@gmail.com زهره بلک<sup>\*</sup> دانشیار، گروه مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران، zbalak1983@gmail.com

#### چکیدہ

در این پژوهش، برای رسیدن به کامپوزیتی با سختی بالا، کامپوزیتهای Tac-VC-ZrC/Nb/Gr و Tac-VC-ZrC/Nb/Gr به روش جرقه پلاسما در دمای C\*۰۰۰، زمان نگهداری ۲۵ دقیقه و فشار ۴۰MPa تفجوشی شدند. چگالی نسبی، سختی و چقرمگی شکست نمونهها به ترتیب با روش ارشمیدس، ماکرو ویکرز و اندازه گیری طول ترک، اندازه گیری شد. ارزیابی ریزساختار نمونهها و شناسایی فاز با استفاده از میکوسکوپ الکترونی روبشی میدانی (FESEM) و XRD انجام شد. کامپوزیتهای Tac-VC-Zrc و Tac-VC-ZrC/Nb/Gr به ترتیب با چگالیهای نسبی ۹۹/۶ و ۳/۶۶ با موفقیت تفجوشی شدند. مشخص شد که در نمونه Tac-VC-Zrc/Nb/Gr طی فرآیند آسیاکاری، مقداری کمی فاز NbC تشکیل میشود. افزودن Nb و Gr، به طور قابل توجهی سختی و چقرمگی شکست نمونه Tac-VC-Zrc/Nb/Gr طی فرآیند آسیاکاری، مقداری کمی فاز ۲۲/۲ گیگاپاسکال به ۳۰/۶ گیگاپاسکال و چقرمگی شکست از ۶۰/۶ MPa m<sup>0.5</sup> بدون افزودنی به ۲۰<sup>0</sup> MPa m<sup>0.5</sup>

واژەھاى كليدى: TaC-VC-ZrC، سختى، چقرمگى شكست، نايوبيوم، گرافيت، ريزساختار.

# Investigating the effect of adding niobium and graphite on the microstructure and mechanical properties of TaC-VC-ZrC medium entropy composite

K. Gilasi Department of materials science and engineering, Islamic Azad University, Ahvaz, IranZ. Balak Department of materials science and engineering, Islamic Azad University, Ahvaz, Iran

#### Abstract

In this research, to achieve a composite with high hardness, TaC-VC-ZrC and TaC-VC-ZrC/Nb/Gr composites were sintered by plasma spark method at 2000°C temperature, 25 minutes holding time and 40 MPa pressure. The relative density, hardness and fracture toughness of the samples were measured by Archimedes, Macro-Vickers method and crack length measurement, respectively. Evaluation of the microstructure of the samples and phase identification was done using field scanning electron microscope (FESEM) and XRD. TaC-VC-ZrC and TaC-VC-ZrC/Nb/Gr composites were successfully sintered with relative densities of 99.6% and 96.3%, respectively. It was found that in the TaC-VC-ZrC/Nb/Gr sample, a small amount of NbC phase is formed during the grinding process. The addition of Nb and Gr significantly increases the hardness and fracture toughness of the TaCZrCVC sample, so that the hardness from 2.22 GPa to 30.6 GPa and the fracture toughness from 4.6 MPa m<sup>0.5</sup> to in the sample without addition reaches to 6.1 MPa m<sup>0.5</sup> in the sample containing the additive.

Keywords: TaC-VC-ZrC, Hardness, Fracture toughness, Niobium, Graphite, Microstructure.

#### ۱- مقدمه

کامپوزیتهای بر پایه TaC دمای ذوب حدود ۴۰۰۰ درجه سیلسیوس دارند. از این رو در سالهای اخیر کاربردهای گستردهای به ویژه در زمینهی هوا فضا پیدا کردهاند. سرامیکهای بسیار دما بالا از جمله کاربید تانتالوم و کاربید هافنیم مواد مناسبی برای استفاده در نازلهای سوخت جامد هستند.

نازل بخش انتهایی موتور پرتابه است که گازهای بسیار داغ (با دمای بیشتر از C°۲۰۰۰) و پرسرعتی که از محفظه احتراق خارج میشوند را به بیرون هدایت میکند[۴-۱].

کاربیدهای تانتالوم و هافنیم در عین حال که سختی و نقطه ذوب بسیار بالا در مقایسه با دیرگدازهای فلزی مانند تنگستن و رنیم دارند، دارای چگالی پایینتری نیز میباشند. چگالی کاربید تانتالوم و کاربید هافنیم به ترتیب ۱۴/۳ و ۱۲/۲ g/cm و چگالی تنگستن و رنیم به

ترتیب ۱۹/۳ و ۲۱ g/cm<sup>3</sup> ا ۲۱ است. پوشش دهی فلزات مذکور روی گرافیت نیز علیرغم کاهش هزینه و وزن، مستعد تشکیل حفرات سنجاقی (Pinholes) و جدایش لایه ای در اثر عدم تطابق ضریب انبساط گرمایی در دمای بالا است. همچنین استفاده از کامپوزیت های کرین/ کربن مورد توجه می اشد، ولی با وجود چگالی پایین، این مواد از نظر مقاومت به اکسیداسیون نامطلوب هستند [۴–1].

مشکل اصلی سرامیکهای بسیار دمابالا چگالش ضعیف آنها است. به طور معمول برای چگال کردن این سرامیکها از روشهای پرس گرم یا تفجوشی با جرقه پلاسما ((Spark Plasma Sintering (SPS) استفاده میشود. همچنین، برای بهبود چگالش و ویژگیهای مکانیکی این نوع کاربیدها از افزودنیهایی مانند کاربید بور، کربن، دیسیلیسید مولیبدن و دی سیلیسید تانتالوم استفاده میشود[۶–6].

<sup>&</sup>lt;sup>®</sup> نویسندگان مکاتبه کننده، آدرس پست الکترونیکی: zbalak1983@gmail.com تاریخ دریافت: ۲۲/۲۲/۲۲ تاریخ پذیرش: ۲۲/۱۰/۱۷

در یژوهشی که توسط ژانگ و همکارانش (۲۰۰۷ میلادی)[۴] انجام گرفت پودر TaC خالص با اندازه ذرات ۰/۶ تا ۲/۶ در دمای ۱۹۰۰ تا ℃ ۲۴۰۰ زیر فشار ۳۰ MPa به مدت ۴۵ دقیقه پرس گرم شد. چگالی نسبی از ۷۵ درصد برای ℃ ۱۹۰۰ به ۹۶ درصد برای ℃ ۲۴۰۰ افزایش پیدا کرد.

همچنین در پژوهشی دیگر (۲۰۱۰ میلادی)[۳]، آنها پودر TaC با اندازه ذرات ۱ تا μm ۵ را در دمای ۲۱۰۰ تا ℃ ۲۳۰۰ زیر فشار MPa ۳۰ به مدت ۴۵ دقیقه پرس گرم کردند. آنها چگالی نسبی ۹۴ درصد، سختی ویکرز ۱۴ GPa و چقرمگی شکست ۳/۵ MPa.m<sup>1/2</sup> را برای TaC پرس گرم شده در دمای ℃ ۲۳۰۰ گزارش کردند.

لاهیری<sup>7</sup> و همکارانش (۲۰۱۳ میلادی) [۷] چگالش TaC در دمای محیط و دمای بالا را تحت فشار بسیار بالا بررسی کردند. آنها پودر TaC با میانگین اندازه ذرات  $\mu m$  ۰/۳۶ با میانگین اندازه ذرات TaC و  $^{\circ}$ ۱۸۵۰ زیر فشار ۲/۷ GPa قرار دادند و مشاهده کردند که ساز و کار چگالش در این دو دما به صورت قابل توجهی متفاوت است. در دمای محيط ساز و كار اصلى تغيير شكل حركت نابجاييها با دامنه كوتاه در جهتهای مختلف همراه با نانودوقلویی، چرخش دانه و تشکیل مرزدانه با زاویه کوچک هستند. در مقابل، در دمای بالا تنش به طور معمول با یک سیستم خزش مستقل همراهی میکند و آرایهای از نابجاییها را تشکیل میدهد. چگالش در دمای محیط به وسیله تغییر شکل همراه با نفوذ با دامنه کوتاه رخ میدهد، در حالی که چگالش در دماهای بالا به وسیله نفوذ کنترل می شود که ساز و کار تفجوشی کلاسیک را نشان مىدھد.

اثر گرافن بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت TaC-TiC-SiC تفجوشی شده در دمای ۲۰۰۰ درجه سیلسیوس، به مدت ۸ دقیقه بررسی شده است. نتایج نشان داد که طی فرآیند تفجوشی فازهایی چون TiSi2 ،Ti<sub>6</sub>C<sub>3.75</sub> ،Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> ،Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> و Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> در ریزساختار تشکیل می شود. حضور گرافن سبب ریز شدن ریزساختار و بهبود تفجوشی و تسهيل تشكيل محلول جامد Ta, Ti, Si) C) مي شود[٨].

کاربیدزیرکونیوم نیز یکی از انواع سرامیکهای فوق دما بالا است که دارای نقطه ذوب  $^{\circ}$  ۳۵۴۰ استحکام و مدول بالا و مقاومت به فرسایش خوب میباشد [۹]. از این رو در این پژوهش به عنوان یکی از اجزا كامپوزيت آنتروپي متوسط انتخاب شد. كاربيد واناديوم نيز به دليل حلالیت خوب آن در کاربید تانتالوم [۱۰] و زیرکونیوم به عنوان جز سوم انتخاب شد. اثر افزودن نایوبیوم و گرافیت بر ریزساختار و خواص مكانيكى كامپوزيت TaC-VC-ZrC بررسى شد.

# ۲- فعالیتهای تجربی

در این پژوهش برای بررسی اثـر افزودنـیهـای کربنـی و فلـزی بـر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت TaC-VC-ZrC، ابتدا مواد اوليه تهيه شدند و سپس مطابق طراحي آزمايش انجام شده، پودرهاي اولیه توزین و آسیا شدند. پودرهای اولیه مورد استفاده در این تحقیق به همراه مشخصات آنها، در جدول ۱، آورده شده است.

جدول ۱- مشخصات پودرهای اولیه

نوع پودر	متوسط اندازه ذره	شرکت سازنده	
	اقطر μm		
TaC	۲.	Northwest Institute for Non- Ferrous Metal Research, China, 99.5% purity	
ZrC	۲۵	Northwest Institute for Non- Ferrous Metal Research, China, 98.7% purity	
VC	۵	Torayca Co., Ltd.,Tokyo, Japan	
Nb	۵-۲۵	99.9% Purit	
Gr	۵-۱۰	US Research Nanomaterials, Inc., 99.9% Purity	

به منظور آمادهسازی نمونهها، پودرهای اصلی ZrC ، TaC و VC با نسبت مساوی ۲۳/۰ درصد حجمی توزین شده و توسط آسیا Spex به مدت یک ساعت مخلوط شدند تا پودری همگن به دست آید. نتایج آنالیز XRD مخلوط پودری نمونهها در شکل ۱ آورده شده است. همچنین تصویر FESEM نمونه حاوی افزودنی به همراه آنالیز نقطهای فازهای مختلف در شکل ۲ ارایه شده است. در شکل ۳ نیز آنالیز EDS، هر دو نمونه با و بدون افزودنی گرفته از یک سطح یک میکرون در یک میکرون نمونه ها برای مشخص نمودن عناصر موجود در ریزساختار ارایه شده است.

برای انجام فرآیند تفجوشی، پودرهای آمادهسازی شده تحت فرآيند تفجوشي با جرقه پلاسمايي ( SPS ) قرار گرفتند. در اين روش همزمان با اعمال نیرو توسط فکهای دستگاه، جریان برق از میان نمونه عبور نموده که سبب افزایش دما و تفجوشی پودرها خواهد شد. به منظور تفجوشی، پودرهای تهیه شده درون قالب گرافیتی قرار گرفتند و فرآیند تفجوشی در دمای °۲۰۰۰، زمان ۲۵ دقیقه و فشار ۴۰MPa انجام شد.

پس از عملیات SPS به منظور برداشتن لایه گرافیتی شکل گرفته بر روی قرصها، عملیات پولیش با سنباده تا شماره ۲۰۰۰ انجام شد تا سطحی صاف، صیقلی و تمیز به دست آید. در ادامه جهت امادهسازی نمونهها، با استفاده از وایرکات با سیمی به ضخامت ۰/۱ میلیمتر برش قرصها انجام شد. چگالی نمونهها، به روش ارشمیدس اندازهگیری شد. چقرمگی شکست نمونهها به روش اندازه گیری طول ترک اندازه گیری شد. برای این منظور میانگین طول ترک های ایجاد شده در چهارگوشه اثر فرورونده اندازه گیری شد. با جای گذاری مقادیر طول ترک، سختی و مدول الاستیک در رابطه انتیس (۱)، مقدار چقرمگی شکست محاسبه شد. سختی نمونه ها نیز به روش ماکرو ویکرز با اعمال نیروی ۳۰ کیلوگرم و مدت زمان ۱۵ ثانیه انجام شد.

 $K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{T}\right)^{1/2} PC^{-1.5}$ (1)

: H که در آن E : مدول یانگ، P : نیرو، E : طول ترک و سختی می باشد.

<sup>1</sup> Zhang <sup>2</sup> Lahiri



شکل ۱- نتایج آنالیز XRD مخلوط پودری نمونهها



شکل ۲- نتایج آنالیز نقطهای مخلوط پودری نمونهها



شکل ۳- آنالیز EDS نمونههای با و بدون افزودنی.

برای شناسایی فازها و ترکیب شیمیایی کامپوزیتهای تفجوشی شده، از آنالیز تفرق اشعه X استفاده شد. برای این منظور نمونهها در بازه ۱۰ تا ۸۰ درجه، مورد بررسی قرار گرفتند و سپس شناسایی فاز الگوی حاصله با استفاده از نرمافزار Xpert high score انجام شد. برای مشخصهیابی ریزساختار نمونههای حاصله از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. همچنین نقشه توزیع عناصر با استفاده از آنالیز Map

# ۳- نتايج

## ۳-۱- بررسیهای ریزساختاری

تصاویر FESEM ریزساختار سطح پولیش شده هر دو نمونه TaCZrCVC/Nb/Gr و TaCZrCVC/Nb/Gr، در بزرگنمایی یکسان در شکل ۴ آورده شده است. در هر دو نمونه نواحی با رنگهای متفاوت سیاه و خاکستری قابل تشخیص میباشند. بررسی ریزساختار دو نمونه نشان میدهد که نواحی سیاه رنگ در نمونه TaCZrCVC بیشتر از نمونه TaCZrCVC/Nb/Gr، مى باشد. به علاوه مشخص است كه نمونه TaCZrCVC دارای ریزساختار ریزتری نسبت به نمونه TaCZrCVC/Nb/Gr، میباشد. در شکل ۵ آنالیز EDS نمونه TaCZrCVC آورده شده است که حضور تمامی عناصر تانتالوم، زیرکونیوم، وانادیوم و کربن را تأیید میکند. برای بررسی نحوه توزیع عناصر در ریزساختار، نقشه توزیع عنصری آنها برای نمونه TaCZrCVC در شکل ۶ ارایه شده است. عناصر تقریبا به طور یکنواختی در ریزساختار توزیع شده است. البته در نواحی خاکستری و سیاه رنگ که با حروف A، B و C در شکل مشخص شدهاند، توزیع عناصر یکنواخت نبوده به نحوی که در ناحیه خاکستری میزان Ta (ناحیه A) و در نواحی سیاه میزان Zr (ناحیه B) یا V (ناحیه C) از سایر عناصر بیشتر میباشد.

به طور کلی با توجه به این شکل میتوان نتیجه گیری کرد که طی فرآیند تفجوشی، عناصر Zr، V و Ta در یکدیگر نفوذ کرده و محلولهای جامد دو و سهتایی با غلظتهای مختلف را تشکیل دادهاند. برای این منظور دیاگرامهای فازی دوتایی این کاربیدها در شکل ۷ ارایه شده است[۱۱].



شکل ۴- تصاویر FE-SEM ریزساختار دو نمونه الف) TaCZrCVC و ب) TaCZrCVC/Nb/Gr



شكل ۵- آناليز EDS سطح پوليش شده نمونه TaCZrCVC



شکل ۷- دیاگرامهای دو فازی کاربیدهای VC ، TaC و ZrC [۱۱].

## ۲-۳- شناسایی فاز

برای شناسایی فازها در نمونهها، نتایج آزمون XRD آنها قبل از فرآیند تفجوشی و بعد از آن در شکل ۸ آورده شده است. بعد از فرآیند آسیاکاری و قبل از فرآیند تفجوشی، در مخلوط پودری نمونه TaCZrCVC فازهای TaCZrCVC و VC و در مخلوط پودری عدراستوکیومتری TaCarcor علاوه بر فازهای Kro Zrc ،TaC و 2 فاز غیراستوکیومتری ZrC<sub>0.7</sub> نیز شناسایی شدهاند. این موضوع ممکن است ناشی از حضور فاز فلزی نایوبیوم در مخلوط پودری این نمونه و واکنش فاز Jac ZrC<sub>0.7</sub> و VC نمان می دهد که در هر دو نمونه، فاز VC دارای فاز باشد. بررسی شدت قلههای هر سه فاز ZrC ،TaC و VC نشان می دهد که در هر دو نمونه، فاز VC دارای کمترین میزان شدت قله می باشد؛ به عبارتی دیگر بنظر می رسد که (Co ۲۹۰۰: TaC) ملی فرآیند آسیاکاری در دو فاز دیگر نفوذ و حل شده است. به علاوه مقایسه نتایچ Xrd مخلوط پودری دو نمونه (قبل از تفجوشی) نشان می دهد که شدت

قلههای VC در نمونه حاوی نایوبیوم کمتر از نمونه بدون نایوبیوم میباشد. این امر را میتوان به حضور فاز فلزی نایوبیوم در مخلوط پودری این نمونه طی فرآیند آسیاکاری نسبت داد؛ به نظر میرسد که حضور نایوبیوم سبب نفوذ و انحلال VC در شبکه کریستالی TaC و ZrC و تشکیل محلول جامد شده و از اینرو شدت قلههای VC در این نمونه کاهش یافته است.



شکل ۸- الگوی تفرق اشعه X هر دو نمونه الف و ب) قبل و ج) و د) بعد از فرآیند تف جوشی

در الگوی تفرق اشعه X، هر دو نمونه پس از فرآیند تف جوشی (شکل ۸-ج و د) هیچگونه قله مرتبط با فازهای VC و ZrC شناسایی نشده است که بیانگر نفوذ عناصر V و Zr در شبکه کریستالی TaC و  $V_2C$  انحلال آنها می باشد. البته در هر دو نمونه فاز جدید کاربیدی شناسایی شده است و مقدار آن در نمونه حاوی افزودنی Nb و Gr بیشتر می باشد. به نظر می رسد که فاز V<sub>2</sub>C طی معادله (۱) تشکیل می شود. البته در نمونه حاوی افزودنی، این فاز علاوه بر معادله (۲)، از طريق معادله (۳) و واكنش VC با Nb تشكيل مي شود؛ از اين رو مقدار آن در نمونه حاوى افزودنى بيشتر مى باشد. فاز NbC شناسايي شده در نمونه حاوی افزودنی از طریق معادله های (۳) و (۴) می باشد. به علاوه مشاهده می شود که پس از فرآیند تفجوشی به طور قابل توجهی شدت قله ها کاهش یافته و قلهها پهن شده اند (شکل ۸). این موضوع ناشی از نفوذ و انحلال فازهای کاربیدی در یکدیگر می باشد که این انحلال سبب ایجاد کرنش در شبکه کریستالی آنها شده است. 2VC=V<sub>2</sub>C+C (٢) Nb+2VC=V2C+Nb (۳)

Nb+C=NbC (f)

برای بررسی قابلیت تف جوشی، چگالی نسبی نمونه ها به دست آمده از روش ارشمیدس در جدول۲ ارایه شده است. در نمونه TaCZrCVC، چگالی نسبی ۹۶/۳٪ به دست آمده که در اثر افزودن Nb و Gr به ۹۹/۶٪ میرسد. در نمونه حاوی افزودنی، Nb و Gr به ترتيب از طريق دو مكانيزم تف جوشى با فاز مايع و واكنش با ناخالصی های اکسیدی (عامل واکنش گر) سبب بهبود چگالی نسبی میشوند[10-١٢]. در مورد مکانیزم تف جوشی با فاز مایع، Nb با توجه به اینکه نقطه ذوب (C° ۲۴۷۷) کمتری نسبت ترکیبات کاربیدی VC ،TaC و ZrC دارد، طی فرآیند تفجوشی از طریق تشکیل فاز مايع سبب بهبود نفوذ و چگالش مىشود. Gr نيز از طريق واكنش با ناخالصیهای اکسیدی (ZrO<sub>2</sub>، ZrO<sub>5</sub>، V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) طی معادلههای (۵) تا (۷) سبب حذف آنها و در نتیجه بهبود تف جوشی می شود. بررسی های ترمودینامیکی با استفاده از نرم افزار HSC نشان میدهد که تمامی این واکنش ها از منظر ترمودینامیکی قابل انجام میباشند، به نحوی در دمای C° ۲۰۰۰، دارای تغییرات انرژی آزاد برابر ۲۶/۱-، ۲۳۹/۴ و ۱۷۱/۷ – میباشند.

$ZrO_2+3C=ZrC+2CO(g)$	(Δ)
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +7C=2VC+5CO (g)	(۶)
$Ta_{2}O_{5}+7C=2TaC+5CO(g)$	(Y)

جدول ۲- نتایج چگالی نسبی، سختی و چقرمگی شکست هر دو نمونه

Sample	Relative Density %	Hardness, Hv GPa	Fracture Toughness MPa m <sup>0.5</sup>
TaCZrCVC	96.3±0.8	22.2±1.3	4.6±0.3
TaCZrCVC/Nb/Gr	99.6±0.3	30.6±2.2	6.1±0.5

## ۳-۴- سختی

سختی یک ماده کمیتی ذاتی است که به مقاومت ماده در برابر تغییرشکل طی اعمال نیرو گفته می شود. در این تحقیق برای اندازه گیری سختی از روش ویکرز استفاده شده است. اعداد به دست آمده برای دو نمونه حاوی افزودنی و بدون افزودنی در جدول ۲ ارایه شده است. با توجه به داده های گزارش شده مشخص است که افزودن Nb و Gr، به طور قابل توجهی سختی نمونه TaCZrCVC را افزایش می دهد، به نحوی که سختی از ۲۲/۲ گیگاپاسکال به ۳۰/۶ گیگاپاسکال می رسد که رشد حدود ۳۸٪ را نشان می دهد. از آن جایی که تخلخل ها در برابر نیروی اعمالی هیچ گونه مقاومتی از خود نشان نمی دهند، از این رو در نمونه حاوی افزودنی که دارای میزان تخلخل کمتری (۴/۰٪) نسبت به نمونه بدون افزودنی (۳/۷٪) میباشد، سختی بهبود یافته است. به علاوه برای هر دو نمونه، با مقایسه سختی به دست آمده با سختی هر جز به تنهایی، نتیجه گیری می شود که نمونههای تفجوشی شده دارای سختی بالاتری میباشند. این امر را می توان به تشکیل محلول جامد در این نمونه ها نسبت داد. چرا که تشکیل محلول جامد از طریق ایجاد انبساط یا انقباض در شبکه کریستالی میزبان، سبب سخت گردانی و در نتیجه افزایش سختی می شود[۱۵].

در شکل ۹ تصاویر FESEM، اثر ایندنت ایجاد شده طی اعمال نیرو

به روش ویکرز ارایه شده است. با توجه به شکل، اثر ایجاد شده در نمونه حاوی افزودنی، کوچک تر از نمونه بدون افزودنی می باشد که بیانگر سختی بالاتر آن می باشد و با مقادیر به دست آمده از آزمون سختی (جدول ۲) سازگاری دارد.



شکل ۹- تصاویر FE-SEM اثر فرو رونده ایجاد شده به روش ویکرز نمونههای الف) TaCZrCVC/Nb/Gr و ب) TaCZrCVC

#### ۳-۵- چقرمگی شکست

برای بررسی چقرمگی شکست نمونههای تف جوشی شده با استفاده از روش اندازه گیری طول ترک، مقادیر آن محاسبه و در جدول ۲ ارایه شده است. مقایسه مقادیر به دست آمده نشان میدهد که افزودن Nb و Nb سبب افزایش چقرمگی از ۴/۶ MPa m<sup>0.5</sup> در نمونه بدون افزودنی به ۶/۱ MPa m<sup>0.5</sup> می شود. علت این مسله را می توان ناشی از ریزساختار متراکمتر و مستحکم تر نمونه حاوی افزودنی نسبت به نمونه بدون افزودنی نسبت داد. در نمونه حاوی افزودنی، حضور Nb سبب تسهیل و تشکیل مقادیر بالاتر محلول جامد می شود. از آن جایی که تشکیل محلول جامد همراه با ایجاد کرنش در شبکه کریستالی می باشد، سبب ایجاد تنش پسماند در زمینه می شود که به نوبه ی خود می تواند جلوی حرکت رشد ترک را گرفته و چقرمگی شکست را بهبود دهد. در این تحقیق با توجه به اینکه شعاع اتمی V و Zr کوچکتر از TaC است، انحلال آنها در Ta سبب انقباض شبکه کریستالی TaC می شود. به نظر می رسد ایجاد تنش زمینه، رشد ترک را محدود مینماید. بررسی و مقایسه مسیر ترک در دو نمونه (شکلهای ۹ و ۱۰) نشان میدهد که در نمونه دارای افزودنی مسیر طی شده توسط ترک بیشتر از نمونه حاوی افزودنی میباشد به علاوه اینکه میزان انحراف ترک ایجاد شده در نمونه حاوی افزودنی بیش تر از نمونه بدون افزودنی می باشد. انحراف بیشتر ترک به معنی مصرف شدن بیشتر انرژی ترک و در نتیجه طی کردن مسافت کمتر یا به عبارت دیگر طول ترک کمتر می باشد که براساس رابطه انتیس [۱۰] رابطه معکوس با چقرمگی شکست داشته و از این رو سبب افزایش آن می شود.

همچنین با توجه به جدول ۲، نمونه حاوی افزودنی دارای چگالی نسبی بالاتر و در نتیجه میزان تخلخل کمتری نسبت به نمونه بدون افزودنی می باشد که همین امر نیز سبب بهبود چگالی نسبی در آن شده است. به عبارت دیگر نمونه های دارای چگالی نسبی بالاتر به دلیل ریزساختار مستحکم تر دارای چقرمگی شکست بالاتری می باشند. ceramics. Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2015;52:203–208.

[6] Khaleghi E, Lin YS, Meyers M A, Olevsky EA. Spark plasma sintering of tantalum carbide. Scripta Materialia. 2010; 63:577-580.

[7] Lahiri D, Singh V, Rodrigues GR, Costa T, Gallas MR, Bakshi SR, Seal S, Agarwal A. Ultrahigh-pressure consolidation and deformation of tantalum carbide at ambient and high temperatures. Acta Materialia.2013:61:4001-4009.

[8] Shaker Hashem Al-Habib D, Balak Z, Shahedi Asl M. Spark plasma sinterability of TaC-based composites codoped with SiC, TiC and graphene. Diamond and Related Materials. 2022;130:109496.

[9] Li Y, Liu Y, Guo C, Chen Y, Liang J, Zhang J, Guo L. Ablation resistance of ZrC-based composite coating with multi-layer structure for carbon/carbon composites above 2200 °C. Corrosion Science, 2022Oct;207:110600.

[10] Aramesh H, Balak Z, Shahedifar V. Calculating the interdiffusion coefficient in TaC/VC diffusion couple and investigation of solid solution formation anmechanical properties. Journal of alloys and compound. 2023 Dec; 967:171689.

[11] Gusev AI, Rempel AA, Magerl AJ. Disorder and Order in Strongly Nonstoichiometric Compounds, Transition Metal Carbides, Nitrides and Oxides. Springer; 2001.

[12] Balak Z, Shahedi Asl M, Azizieh M, Kafashan H, Hayati R. Effect of different additives and open porosity on fracture toughness of ZrB2–SiC-based composites prepared by SPS. Ceramics International. 2017;43:2209-2220.

[13] Balak Z, Zakeri M, Rahimipoor MR, Salahi E, Azizieh M, Kafashan H. Investigation of effective parameters on densification of ZrB2-SiC based composites using taguchi method. Advanced Ceramics Progress. 2016;2:7-15.

[14] Guo SQ. Densification of ZrB<sub>2</sub>-based composites and their mechanical and physical properties: A review. Journal of the European Ceramic Society. 2009 Apr;29: 6995-1011.

[15] Salahi E, Balak Z, Zakeri M, Rahimipour MR. Taguchi design and hardness optimization of ZrB2-based composites reinforced with chopped carbon fiber and different additives and prepared by SPS. Journal of Alloys and Compounds. 2015; 639:617-625.



شکل ۱۰- تصاویر FE-SEM از پیشروی مسیر ترک در نمونه های الف و ب) TaCZrCVC/Nb/Gr و ج) و د) TaCZrCVC/Nb/Gr

# ۴- نتیجهگیری

کامپوزیتهای TaC-VC-ZrC و TaC-VC-ZrC به ترتیب با چگالیهای نسبی ۹۹/۶ و ۹۶/۶ با موفقیت تفجوشی شدند. نتایج آنالیز XRD نشان داد که در نمونه ۹۶/۲ با موفقیت تفجوشی شدند. فرآیند آسیاکاری، مقداری کمی فاز NbC تشکیل میشود. انحلال VC در شبکه کریستالی TaC و ZrC در نمونه حاوی افزودنی بیش تر میباشد. افزودن Nb و Gr، به طور قابل توجهی سختی نمونه ۲۲/۲ را نشان گیگاپاسکال به ۲۰/۶ گیگاپاسکال می رسد که رشد حدود ۳۸٪ را نشان MPa m<sup>0.5</sup> از Sr MPa m<sup>0.5</sup> در نمونه حاوی افزودنی ۶/۶ در نمونه بدون افزودنی به ۸/۰ MPa m<sup>0.5</sup> در نمونه حاوی افزودنی م می شود.

#### ۵- مراجع

[1] Fahrenholtz WG, Wuchina EJ, Lee WE, and Zhou Y. Ultra-high temperature ceramics: materials for extreme environment applications: John Wiley & Sons, 2014.

[2] Monteverde F, Bellosi A, Scatteia L. Processing and properties of ultra-high temperature ceramics for space applications Materials Science and Engineering A. 2008;485:415-421.

[3] Zhang X, Hilmas GE, Fahrenholtz WG. Densification and mechanical properties of TaC-based ceramics. Materials Science and Engineering A. 2009;501:37-43.

[4] Zhang X, Hilmas GE, Fahrenholtz WG, Deason DM. Hot pressing of tantalum carbide with and without sintering additives. Journal of the American Ceramic Society. 2007;90:393-401.

[5] Nino A, Hirabara T, Sugiyama S, Taimatsu H. Preparation and characterization of tantalum carbide (TaC)