

مقاله پژوهشی

بررسی ریزساختار، خواص مکانیکی و سایشی نانوکامپوزیت بر پایه V_4AlC_3 تهیه شده توسط سینتر جرقه پلاسمای واکنشی

لیلا صادقی^۱، منصور رضوی^{۱*}، محمدمهدی کلانتریان^۱، محمدرضا رحیمی پور^۱ و محسن حسین زاده^۲

۱- پژوهشگاه سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران

۲- دانشگاه سمنان، دانشکده مهندسی مواد، سمنان، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۱۰/۱۱، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۱۲/۲۱، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۱۲/۲۵

چکیده

در این تحقیق نانوکامپوزیت مبتنی بر V_4AlC_3 با روش سینتر جرقه پلاسمای واکنشی (RSPS) با استفاده از مواد اولیه $V_2O_5:Al:C$ در دمای $1400^\circ C$ سنتز شد. بررسی‌های فازی از نانوکامپوزیت تهیه شده با استفاده از آزمون پراش پرتوی ایکس (XRD) انجام شد. ریزساختار نانوکامپوزیت سنتز شده با استفاده از آزمون میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مورد ارزیابی قرار گرفت. استحکام خمشی و خواص سایشی نانوکامپوزیت سنتز شده به ترتیب با استفاده از آزمون‌های خمش سه نقطه‌ای و آزمون پین بر روی دیسک مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج آزمون پراش پرتوی ایکس تشکیل فاز V_4AlC_3 را به عنوان فاز اصلی در کنار محصولات جانبی Al_2O_3 و V_2AlC نشان داد. بررسی‌های ریزساختاری ساختار لایه‌ای نانوکامپوزیت را تایید نمود. همچنین آزمون شیمیایی نقشه عنصری حضور عناصر وانادیوم، کربن و آلومینیوم را تایید کرد. استحکام خمشی برای نانوکامپوزیت سنتز شده برابر با $388 \pm 18 MPa$ حاصل شد. نرخ سایش برای کامپوزیت تهیه شده $2/4 \times 10^{-4} mm^3/Nm$ بدست آمد. مطالعات ریزساختاری سطح نانوکامپوزیت پس از آزمون سایش نشان داد مکانیزم اصلی سایش برای نانوکامپوزیت ساخته شده سایش اکسیداسیون می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: مکس فاز، V_4AlC_3 ، سینتر جرقه پلاسمای واکنشی، نانوکامپوزیت.

۱- مقدمه

کاربیدی و نیتریدی، با فرمول عمومی $M_{n+1}AX_n$ هستند. در این فرمول M یک فلز واسطه مانند Nb، Sc، Ti، V، Zr، Hf و ... است. A از عناصر گروه‌های IIIA و IVA جدول تناوبی و X کربن یا نیتروژن می‌باشد (n=۱، ۲، ۳) [۳]. این ترکیبات به سه دسته کلی، (۱) M_2AX (فاز ۲۱۱)، (۲) M_3AX_2 (فاز ۳۱۲) و (۳) M_4AX_3 (فاز ۴۱۳) تقسیم‌بندی می‌شوند [۴].

در طی سال‌های اخیر طبق پژوهشی که در زمینه تولید کاربردها و نیتrideها توسط محققین منتشر شد، بیش از ۱۰۰ نوع کاربرد و نیتريد جديد معرفي، و با خواص منحصر بفرد کشف گردید [۱، ۲]. مکس فازها نانولایه‌های پلی کریستالی

* عهده‌دار مکاتبات: منصور رضوی

نشانی: کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، دپارتمان سرامیک

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۸۰۰۴۰، دورنگار: ۰۲۶-۳۶۲۰۱۸۸۸، پست الکترونیکی: m-razavi@merc.ac.ir

سیستم V-Al-C برای اولین بار توسط شوستر و همکاران مورد مطالعه قرار گرفت. در این مطالعه، فاز V_2AlC کشف شد [۱۰]. همچنین فاز V_4AlC_3 در محدوده دمایی ۱۵۷۳ تا $1773^\circ C$ توسط اترکون و همکاران [۱۱] کشف شد. طبق محاسبات ترمودینامیکی، نقطه ذوب مکس فازهای V_2AlC و V_4AlC_3 به ترتیب $2790 K$ و $2834 K$ پیش بینی شده است [۱۲]. هو و همکارانش [۱۳] نشان دادند که V_2AlC و V_4AlC_3 متعلق به گروه مکس فازها هستند. همچنین نشان دادند که V_2AlC و V_4AlC_3 هر دو نقطه ذوب بالا (بیش از $1700^\circ C$) دارند. اما به دلیل تشکیل اکسید مذاب در دمای $700^\circ C$ در اتمسفر اکسیدی، مقاومت به اکسیداسیون ضعیفی دارند. V_2AlC از مخلوط پودر وانادیوم، آلومینیوم و کربن، با واکنش بین Al_8V_5 و C با نسبت مولی $V:Al:C = 1/2:0/9$ توسط هو و همکارانش با پرس گرم سنتز شد. مخلوط سازی با آسیابکاری مکانیکی به مدت ۱۲ h انجام گرفت. دما در این پژوهش $1400^\circ C$ تا $1700^\circ C$ و فشار $30 MPa$ بوده است. میانگین اندازه ذرات از $49 \mu m$ طول و $19 \mu m$ عرض، به $405 \mu m$ طول و $106 \mu m$ عرض، افزایش یافت. بالاترین استحکام فشاری برای ترکیب سینتر شده در دمای $1400^\circ C$ و $14 MPa$ 742 بدست آمده است. لازم بذکر است که چگالی نسبی ترکیب سینتر شده در دمای $1400^\circ C$ به 99 درصد چگالی تئوری خود رسیده است.

حلال‌های جامد $(Ti,V)AlC_2$ و $(Cr,V)_2AlC$ توسط Yeh و همکارانش [۱۴] با استفاده از روش سنتز خود احتراقی (SHS) و با کاهش آلومینوتریک و با مخلوط پودرهای $TiO_2-V_2O_5-Al-Al_4C_3$ و $V_2O_5-Cr_2O_5-Al_4C_4-Al$ سنتز شده است. با افزایش V_2O_5 ، سوخت‌های زیستی، دما و سرعت واکنش و همچنین سرعت حلال‌های جامد افزایش پیدا کرده است. حسین زاده و همکارانش [۱۵] به بررسی تاثیر سینتر جرقه پلاسما (SPS) بر ساختار و خصوصیات مکانیکی مکس فاز V_4AlC_3 پرداخته‌اند. بر این اساس پودرهای وانادیوم، آلومینیوم و کربن سیاه از طریق آسیاب با انرژی بالا به مدت ۱۰ دقیقه در یک محیط اتانول مخلوط شده‌اند و

برای اولین بار، مکس فازهای نوع ۲۱۱ و ۳۱۲ توسط Nowotny و Jeitschko کشف شدند [۵،۶]. پس از گذشت ۳ دهه، مکس فاز نوع ۴۱۳ توسط بارسوم و همکارانش کشف شد [۷]. مکس فازها در واقع فلز-سرامیک‌هایی هستند که دارای رفتار دوگانه‌ای از خواص فلزات و سرامیک‌ها می‌باشند، به همین دلیل این مواد دارای ویژگی‌های منحصربفردی می‌باشند. مکس فازها از نظر خواص الکتریکی، دمایی و الاستیکی، در بسیاری از جنبه‌ها با نیتrideها و کاربیدهای فلزی مشترک می‌باشند. این فازها از نظر الکتریکی و گرمایی، رسانا هستند. هدایت الکتریکی در این مواد از رفتار فلزی تبعیت می‌کند (یعنی با کاهش دما هدایت الکتریکی کاهش می‌یابد). این مواد نسبتاً نرم‌اند و مدول الاستیک بالایی دارند. مکس فازها مقاوم در برابر شوک حرارتی بوده و در برخی موارد، مقاوم به اکسیداسیون و خوردگی نیز می‌باشند [۸]. برخی از این مواد در دمای بالا پایداری ترمودینامیکی دارند. همچنین از نظر مکانیکی دارای قابلیت ماشینکاری اند به نحوی که یک اره دستی نیز، توانایی برش دادن آن‌ها را دارد [۱،۹]. برخی از خواص مکانیکی مکس فازها مانند تغییر شکل الاستیک، سختی پایین و ماشینکاری عالی قابل توجه است. مکس فازها خواص مکانیکی فوق‌العاده‌ای در دماهای بالاتر از $1000^\circ C$ دارند. در حال حاضر بهترین مکس فازها جهت بررسی Ti_2AlC ، Ti_3AlC_2 و Ti_3SiC_2 هستند [۱۰]. این مجموعه خواص غیرمعمول به ساختار لایه‌ای و پیوندهای بسیار قوی MX که غالباً ماهیت پیوند فلزی به همراه سهمی از پیوندهای کووالانسی و یونی را دارا می‌باشند، با پیوندهای نسبتاً ضعیف MA نسبت داده می‌شوند. مکس فازها هدایت حرارتی و الکتریکی بالایی از خودشان نشان می‌دهند [۱،۴].

یکی از موادی که به تازگی مورد توجه قرار گرفته، ترکیب $V_{n+1}AlC_n$ است که می‌تواند به صورت V_2AlC ، V_3AlC_2 و V_4AlC_3 ظاهر شود. در این میان تحقیقاتی در رابطه با این ترکیب صورت گرفته، که در ادامه به برخی از آن‌ها اشاره می‌شود:

۵ به ۱ و سرعت آسیا ۱۵۰ دور بر دقیقه، مدت زمان یک ساعت گذاشته شده است. پس از انجام این مرحله، مخلوط را در دمای 70°C بر روی هیتر استیرر در حالت چرخش توسط مگنت آلومینایی خشک و الک شدند تا به یک پودر همگن برسند. پودر آماده شده در قالب گرافیتی با قطر ۳۰ mm قرار داده شده و توسط دستگاه (SPS-20T-10, China) در دمای 1400°C سنتز شد. برای جلوگیری از استخراج آلومینیوم از قالب به مدت ۳۰ دقیقه در منطقه ذوب آلومینیوم نگهداری شد. پس از آن، نمونه بطور متوسط با نرخ حرارت دهی $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و فشار ۳۰ MPa در دمای 1400°C سینتر شد. خصوصیات فازی نمونه با استفاده از آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) با منبع تابش $\text{Co-K}\alpha$ انجام شد و ریزساختار و ترکیب شیمیایی نمونه توسط SEM گسیل میدانی (FESEM, TESCAN, MIRA3) و آزمون طیفسنجی پراکنندگی انرژی اشعه ایکس (EDS) مورد ارزیابی قرار گرفت.

چگالی، درصد تخلخل باز و جذب آب کامپوزیت ساخته شده به روش ارشمیدس طبق استاندارد ASTM C-373 اندازه گیری شد. آزمون ریزسختی سنجی و یکرز از نمونه با نیروی ۱۰۰ g و ۲۵ g انجام گرفت. استحکام خمشی کامپوزیت با استفاده از روش خمش ۳ نقطه ای مطابق استاندارد ASTM-C1161-13 توسط دستگاه آزمون مکانیکی SANTAM20 اندازه گیری شد. تمام آزمایش های میکروسختی حداقل ۷ بار تکرار و آزمایش های مقاومت خمش ۵ بار برای نمونه تکرار شد. رفتار تریبولوژیکی کامپوزیت ساخته شده با استفاده از روش پین بر دیسک ارزیابی شد. پین از نمونه با قطر ۶ mm ساخته شده و از یک قرص کاملاً متراکم Al_2O_3 با قطر ۵۰ mm به عنوان دیسک استفاده شد. به منظور بررسی مقاومت به سایش، نمونه سینتر شده تحت آزمون سایش قرار گرفتند. روش سایش با استفاده از آزمون پین روی دیسک مطابق استاندارد ASTM:G132-96 انجام گرفت. پین مورد استفاده در این آزمون از جنس نمونه سینتر شده و دیسک مورد نظر از جنس آلومینا است. مطالعات میکروساختاری بر روی سطح نمونه با استفاده از

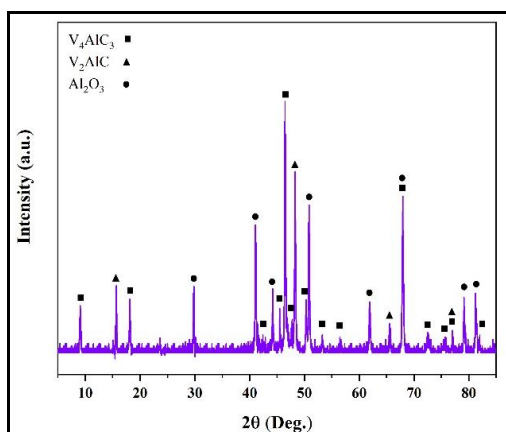
سپس در یک قالب گرافیتی در SPS تحت دمای 1350°C ، فشار اولیه و نهایی ۱۰ MPa و ۳۰ MPa و شرایط خلا قرار گرفته است.

V_4AlC_3 با استفاده از یک روش حالت جامد با گرم کردن مایکروویو توسط Christin M. Hamm و همکارانش [۱۶] تهیه شد. در این پژوهش از پودرهای وانادیوم، آلومینیوم و کربن به عنوان مواد اولیه با نسب مولی $\text{V}:\text{Al}:\text{C} = 4:5/2:3$ استفاده شد. این مخلوط در ماکروویو بدست آمد و پس از خنک شدن در دمای اتاق، برای تراکم بیشتر از SPS استفاده شد. بر خلاف مطالعات قبلی در این پژوهش محصول تک فاز بدست آمد. از آنجائیکه خواص فازهای مکس شدیداً وابسته به خلوص فاز و همچنین ریزساختار می باشد، در این تحقیق برای اولین بار بررسی جامعی به منظور رسیدن به فاز مکس خالص با روش RSPS و ارزیابی خواص مکانیکی و ریزساختاری آن انجام شد. تحقیق بر روی نانوکامپوزیت V_4AlC_3 نیز به عنوان یکی دستاوردهای مهم این پژوهش بود بطوری که هنوز بررسی کاملی بر روی این فاز انجام نشده است. هدف از پژوهش حاضر سنتز و ارزیابی خواص مکانیکی و سایشی نانوکامپوزیت بر پایه V_4AlC_3 با ترکیب جدید $\text{V}_2\text{O}_5:\text{Al}:\text{C}$ می باشد. لازم بذکر است که استفاده از اکسید وانادیوم به عنوان ماده اولیه برای سنتز این نانوکامپوزیت تاکنون گزارش نشده است.

۲- فعالیت های تجربی

از پودرهای V_2O_5 (Merck, ۹۹/۶٪)، Al (Merck, ۲۵۰ مش، ۹۹/۹ درصد) و C (۹۹/۹ درصد، اندازه ذرات کوچکتر از $10\ \mu\text{m}$) با نسبت مولی $\text{V}_2\text{O}_5:\text{Al}:\text{C} = 11:6:1/5$ استفاده شده است. پودر مخلوط شده را در محیط اتانول درون یک کاپ پلیمری با گلوله های زیر کونیایی و نسبت وزنی گلوله به پودر

فازهای Al_2O_3 و V_2O_5 نیز محصولات جانبی این نمونه می‌باشند. منشا Al_2O_3 به دلیل استفاده از V_2O_5 به جای V است. طبق نمودار الینگهام، Al_2O_3 در مقایسه با V_2O_5 حالت پایدارتری داشته و بنابراین احیای V_2O_5 و تشکیل Al_2O_3 اتفاق می‌افتد [۲۱،۲۲].



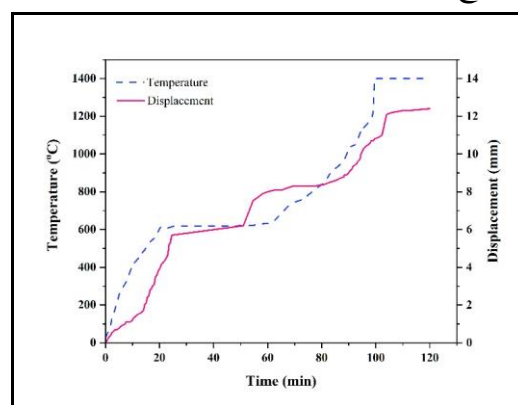
شکل ۲: الگوی XRD نانو کامپوزیت سنتز شده توسط RSPS در دمای $1400^\circ C$.

تصاویر FESEM از سطح پولیش شده نانو کامپوزیت تولید شده در شکل ۳ نشان داده شده است. پراکندگی یکنواخت فازها به وضوح در تصاویر این نمونه مشاهده می‌شود (شکل ۳ الف و ب). فازهای مکس و فاز Al_2O_3 به ترتیب با فازهای روشن و تیره قابل ردیابی هستند که می‌تواند در تصویر میکروسکوپی ۳ (ج) قابل مشاهده است. شکل ۳ (د) مقدار کمی تخلخل در این نمونه را نشان می‌دهد که نانو کامپوزیت از چگالی نسبی بالایی برخوردار است. تصویر نقشه EDS از نانو کامپوزیت تهیه شده در شکل ۴ نشان داده شده است. مناطق غنی از اکسیژن و آلومینیوم حاکی از وجود فاز Al_2O_3 در این مناطق است. نواحی دارای کربن، وانادیوم و سیگنال‌های کم آلومینیوم مطابق با مکس فازهای تشکیل شده در نانو کامپوزیت هستند. تصاویر FESEM سطح شکسته شده از نانو کامپوزیت سنتز شده در شکل ۵ ارائه شده است. مکس فاز با ساختار چند لایه به وضوح در این تصویر ۵ (الف) قابل تشخیص است. لازم بذکر است که بطور میانگین ضخامت این صفحات مکس فاز 50 nm می‌باشد (شکل ۵ ب).

آنالیز نقشه‌برداری عنصری و FESEM به منظور بررسی مکانیزم‌های سایش انجام شد.

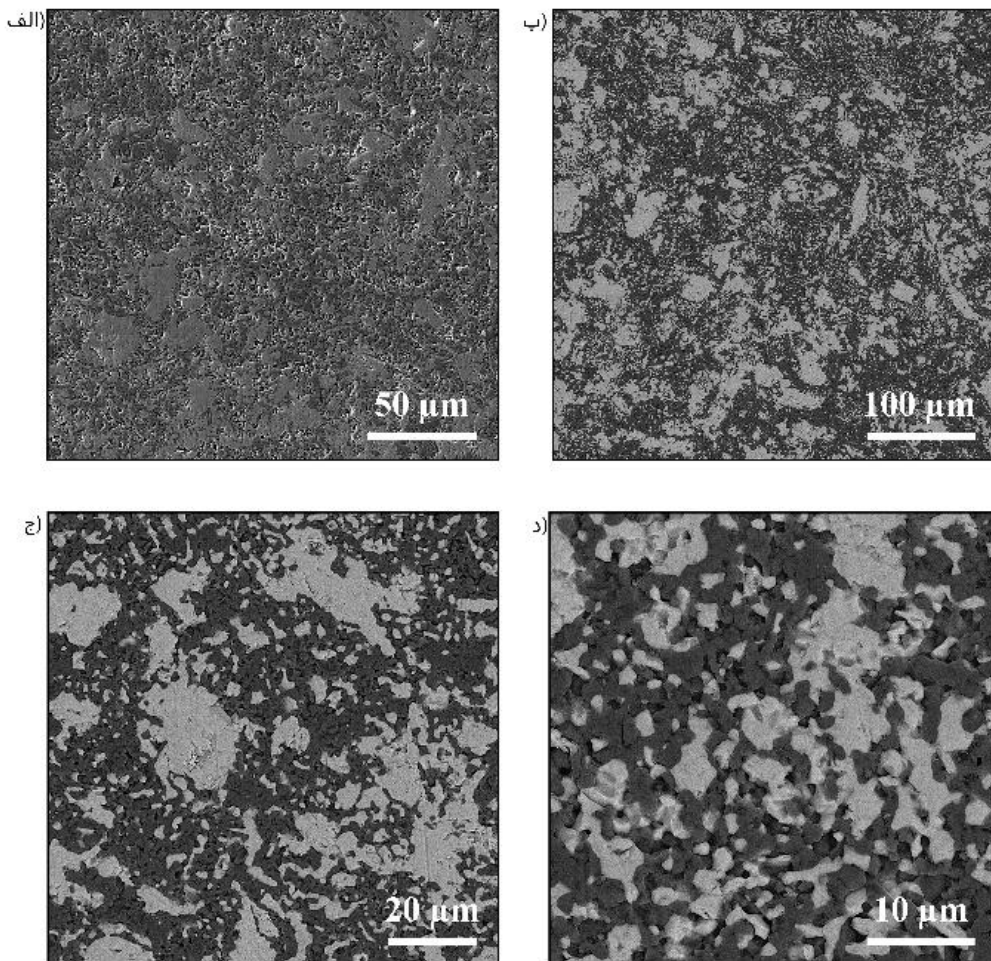
۳- نتایج و بحث

منحنی گرمایش نانو کامپوزیت تهیه شده در شکل ۱ رسم شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود نمودار گرمایش نمونه به ۴ منطقه تقسیم می‌شود. در منطقه اول، درجه حرارت با نرخ گرمایش ثابت به $618^\circ C$ افزایش یافته است. در منطقه دوم، مقدار دما به میزان ثابتی رسیده است. این مقدار ثابت دما در ناحیه ذوب آلومینیوم (حدود $618^\circ C$) مشاهده می‌شود. لازم بذکر است که نقطه ذوب مواد به دلیل وجود جرقه و فشار در حین کار در فرآیند RSPS کاهش می‌یابد [۱۷،۱۸]. گرمایش نمونه با سرعت ثابت از $618^\circ C$ تا $1400^\circ C$ می‌تواند در منطقه سوم مشاهده شود. زمان نگه‌داری نمونه را در منطقه چهارم می‌توان مشاهده کرد. با افزایش دما از $800^\circ C$ تا $1400^\circ C$ ، میزان جابجایی پانچ قابل توجهی برای نمونه مشاهده می‌شود. این می‌تواند ناشی از واکنش‌های احتمالی بین مواد و همچنین کاهش تخلخل نمونه در طی فرآیند پخت باشد. در منطقه چهارم، در دمای $1400^\circ C$ به دلیل افزایش فشار از 10 MPa به 30 MPa ، می‌توان جابجایی شدید پانچ را در نمونه مشاهده کرد [۱۹،۲۰].

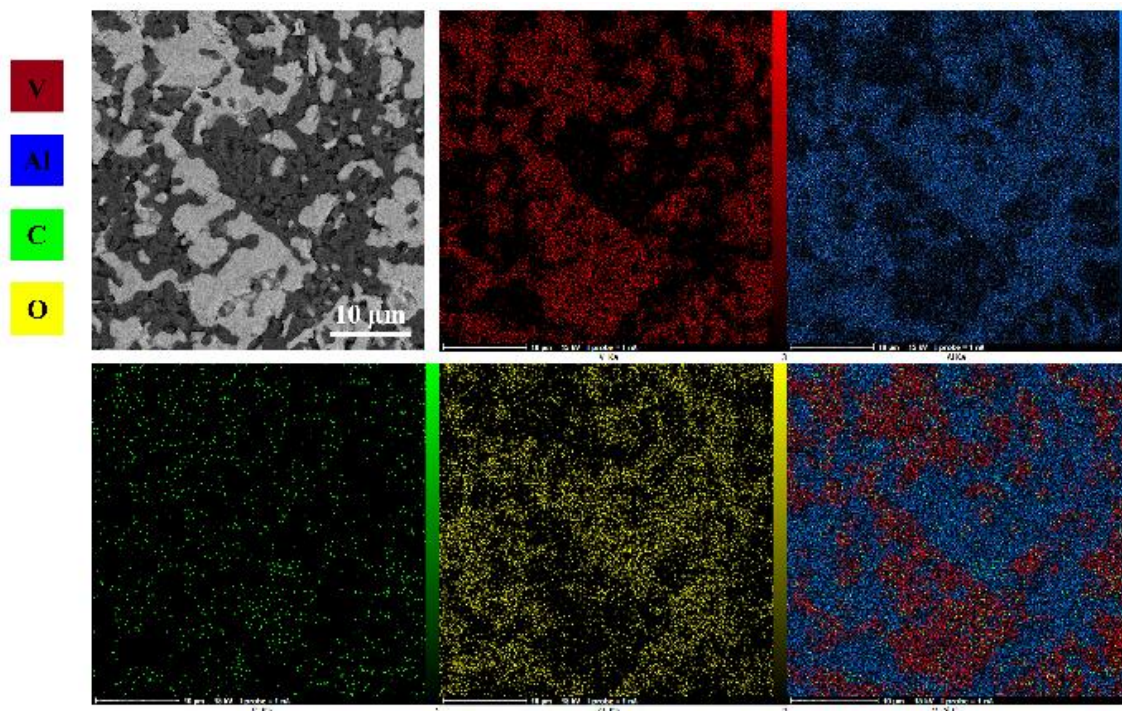


شکل ۱: نمودار سه تایی دما-زمان-جابجایی در طی فرآیند RSPS.

الگوی XRD از نانو کامپوزیت سنتز شده در شکل ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، V_4Al_3 فاز غالب برای نانو کامپوزیت سنتز شده در دمای $1400^\circ C$ است.



شکل ۳: تصاویر FESEM از سطح پولیش شده نانوکامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.



شکل ۴: تصاویر نقشه عنصری از سطح پولیش شده نانوکامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.

شده دارای دو فاز تیره و روشن است که طبق تصاویر FESEM فاز روشن و تیره به ترتیب متعلق به مکس فازهای بر پایه V و Al_2O_3 است. همانطور که در جدول ۲ مشاهده می شود میکروسختی فازهای روشن و تیره متفاوت است. میکروسختی برای فازهای روشن و تیره به ترتیب $6/89 \pm 0/04$ GPa و $19/23 \pm 0/32$ GPa گزارش شده است. میکروسختی برای فاز آلومینا بیشتر از مکس فاز است. طبق جدول ۲، همانطور که مشاهده می شود استحکام خمشی برای نانو کامپوزیت سنتز شده 388 ± 18 MPa بدست آمده است. نتایج حاصل از آزمون استحکام خمشی نشان می دهد که این نانو کامپوزیت از استحکام بالایی برخوردار بوده که با نتایج استحکام مکس فازهای مشابه قابل مقایسه می باشد.

جدول ۱: خواص فیزیکی نمونه سنتز شده در دمای $1400^\circ C$.

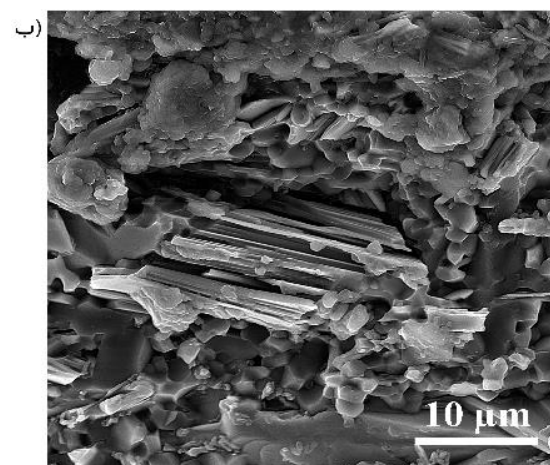
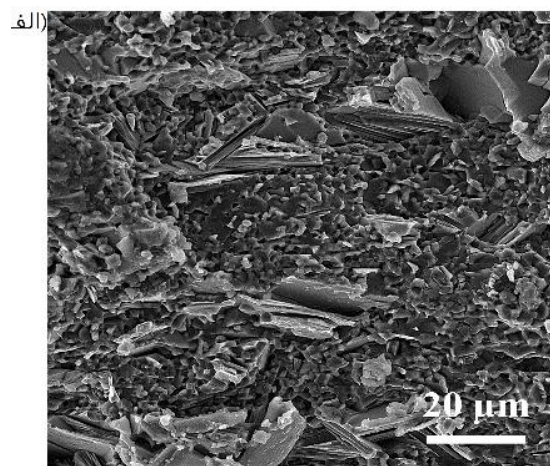
چگالی (g/cm^3)	تخلخل باز (%)	جذب آب (%)
۴/۲۰	۱/۳۷	۰/۳۲

جدول ۲: میکروسختی و استحکام خمشی نمونه در دمای $1400^\circ C$.

استحکام خمشی (MPa)	میکروسختی فاز روشن (GPa)	میکروسختی فاز تیره (GPa)
388 ± 18	$6/89 \pm 0/04$	$19/23 \pm 0/32$

نمودار تنش- کرنش نانو کامپوزیت سنتز شده در شکل ۶ نشان داده شده است. همانگونه که در جدول ارائه شد، استحکام خمشی 388 ± 18 MPa برای این نمونه بدست آمد که در نمودار تنش- کرنش این نمونه نیز قابل مشاهده است. رفتار شکست ترد نمونه حاکی از عدم رفتار پلاستیک در نمونه را دارد که مطابق با خواص سرامیک ها و به ویژه مکس فازها می باشد. نمودار تغییرات وزن نانو کامپوزیت سنتز شده بر حسب افزایش مسافت سایش در شکل ۷ ترسیم شده است. در این نمودار کاهش وزن نانو کامپوزیت سنتز شده می تواند مشاهده شود. نرخ سایش نانو کامپوزیت سنتز شده با استفاده از معادله آرچارد [۲۳] برای نانو کامپوزیت تهیه شده برابر با

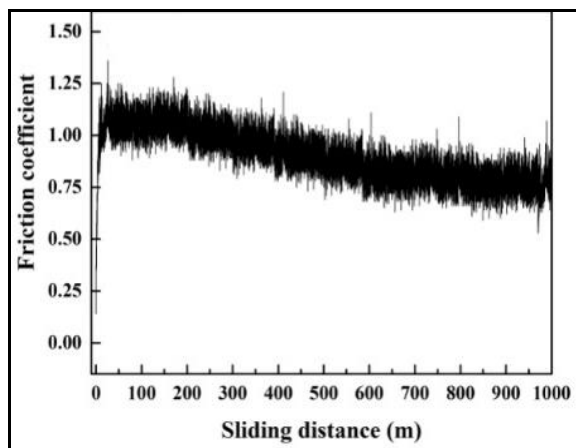
همانطور که در پژوهش های اخیر به آن اشاره شده است، مکس فازها نانولایه های پلی کریستالی کاربیدی و نیتربیدی با ساختار هگزاگونال هستند که توسط یک نانولایه فلزی از یکدیگر جدا شده اند. در این پژوهش، نانولایه های کاربیدی از جنس V_4C_3 می باشند که توسط یک نانولایه فلزی آلومینیومی از یکدیگر جدا شده اند. این ساختار نانولایه مکس فازها موجب ایجاد خواص منحصربفردی در آنها شده است [۴].



شکل ۵: تصاویر FESEM از سطح شکست نانو کامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای $1400^\circ C$.

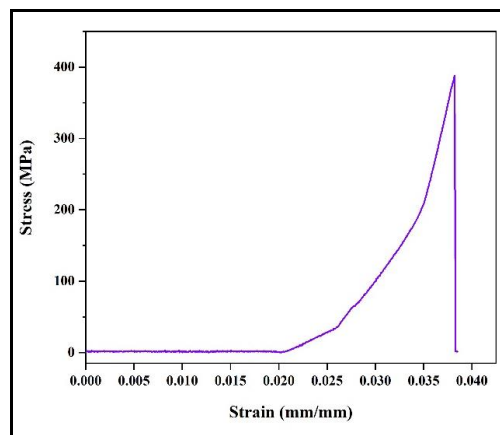
نتایج چگالی نسبی، درصد تخلخل باز و جذب آب برای نانو کامپوزیت سنتز شده در جدول ۱ گزارش شده است. میکروسختی نانو کامپوزیت بدست آمده در جدول ۲ گزارش شده است. همان طور که قبلا گفته شد، نانو کامپوزیت سنتز

ایجاد شود، از جمله از بین رفتن زبری سطح در مراحل اولیه و همچنین تشکیل لایه‌های اکسیدی در هنگام سایش [۲۴،۲۵] گردد، که در ادامه مورد بحث قرار خواهد گرفت.



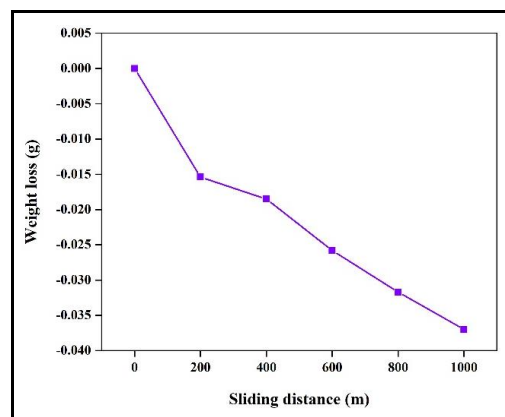
شکل ۸: نمودار ضریب اصطکاک نانو کامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.

ذکر این موضوع حائز اهمیت است که وجود فازهای MAX در نانو کامپوزیت تهیه شده باعث شده که این نمونه مقاومت به سایش کمی داشته باشد.



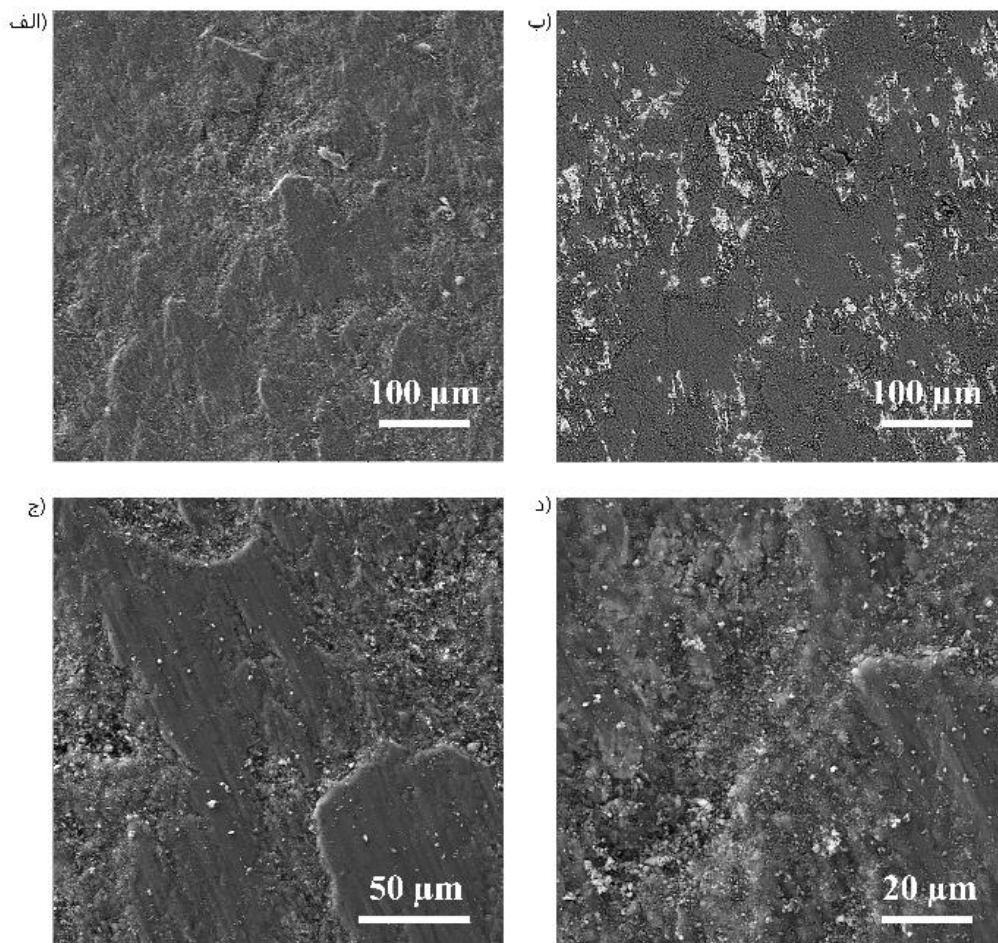
شکل ۶: نمودار تنش-کرنش نانو کامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.

شکل ۹ تصاویر FESEM در حالت الکترون‌های ثانویه و برگشتی از سطح نانو کامپوزیت سنتز شده پس از آزمون سایش را نشان می‌دهد. در تصاویر الکترونی ثانویه مشاهده می‌شود که سطح نانو کامپوزیت با یک لایه ناپیوسته پوشانده شده است (شکل ۹ الف، ج و د)، در تصویر مربوط به حالت الکترون‌های برگشتی (شکل ۹ ب) دو منطقه قابل شناسایی است: یک منطقه تیره که قسمت اعظم سطح نانو کامپوزیت را احاطه کرده و مناطق روشن را در بر می‌گیرد همان‌طور که گفته شد، فازهای MAX بر پایه وانادیوم مقاومت کمی در برابر اکسیداسیون دارند [۱۲]. بنابراین، به دلیل افزایش موضعی دما در حین آزمون سایش قابلیت ایجاد لایه‌های اکسیدی در طول آزمون سایش وجود دارد. همچنین ذرات ساییده شده مربوط این لایه‌های اکسیدی به شکل ذرات ریزی قابل مشاهده است. در شکل ۹ (ج) این ذرات پودر شده می‌توانند به عنوان اجسام ساییده سوم عمل کنند و سطح نانو کامپوزیت را شخم می‌زنند.

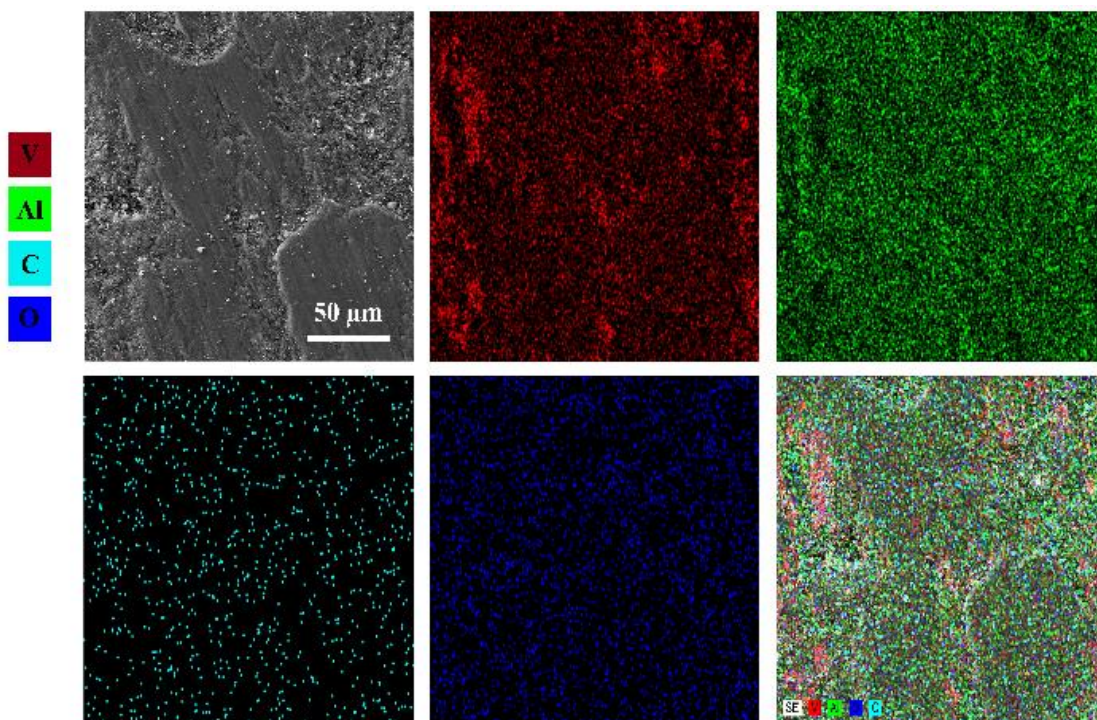


شکل ۷: نمودار تغییرات وزن بر حسب مسافت سایش.

نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب افزایش مسافت سایش در شکل ۸ آورده شده است. در این نانو کامپوزیت سنتز شده، نوساناتی مشاهده می‌شود. این رفتار همچنین می‌تواند به علت زبری سطح در سطح پین یا نانو کامپوزیت باشد. در این نمودار، کاهش ضریب اصطکاک با افزایش مسافت مشاهده می‌شود. این رفتار می‌تواند به دلایل مختلف



شکل ۹: تصاویر FESEM از سطح سایش نانوکامپوزیت سنتز شده توسط RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.



شکل ۱۰: تصاویر نقشه عنصری از سطح سایش نانوکامپوزیت سنتز شده توسط فرآیند RSPS در دمای ۱۴۰۰ °C.

ریزساختاری سطح نانو کامپوزیت پس از آزمون سایش نشان داد که سایش اکسیداسیون مکانیزم اصلی سایش برای نانو کامپوزیت ساخته شده است. در مراحل اولیه سایش، اکسیداسیون مکس فاز بر روی سطح نانو کامپوزیت لایه‌های اکسیدی ایجاد می‌کند. در مراحل پایانی لایه لایه شدن و جدایش برخی از این لایه‌های اکسیدی اتفاق می‌افتد.

مراجع

- [1] M. Hossein-Zadeh, O. Mirzaee, *Ceramics International*, **45**, 2019, 23902.
- [2] M. Sokol, V. Natu, S. Kota, M.W. Barsoum, *Trends in Chemistry*, **1**, 2019, 210.
- [3] N.C. Ghosh, S.P. *Advances in Science and Technology*, **7**, 2012, 47.
- [4] M. Magnuson, M. Mattesini, *Thin Solid Films*, **621**, 2017, 108.
- [5] W. Jeitschko, H. Nowotny, F. Benesovsky, *Journal of the Less Common Metals*, **7**, 1964, 133.
- [6] W. Jeitschko, H. Nowotny, *Monatshefte Für Chemie-Chemical Monthly*, **98**, 1967, 329.
- [7] M.W. Barsoum, L. Farber, I. Levin, A. Procopio, T. El-Raghy, *Journal of the American Ceramic Society*, **82**, 1999, 2545.
- [8] S. Feng, J. Zhao, Y. Yang, W. Zhang, L. Junyu, X. Cheng, *Journal of Materials Research and Technology*, **8**, 2019, 5774.
- [9] M.W. Barsoum, M. Radovic, *Annual Review of Materials Research*, **41**, 2011, 195.
- [10] J.C. Schuster, H. Nowotny, C. Vaccaro, *Journal of Solid State Chemistry*, **32**, 1980, 213.
- [11] J. Etzkorn, M. Ade, H. Hillebrecht, *Inorganic Chemistry*, **46**, 2007, 7646.
- [12] S. Gupta, M.W. Barsoum, *Electrochemical Society*, **151**, 2004, 24.
- [13] C. Hu, J. Zhang, J. Wang, F. Li, J. Wang, Y. Zhou, *Journal of the American Ceramic Society*, **91**, 2008, 636.
- [14] C.L. Yeh, W.J. Yang, *Ceramics International*, **39**, 2013, 7537.
- [15] M. Hossein-Zadeh, O. Mirzaee, H. Mohammadian-Semnani, *Ceramics International*, **45**, 2019, 7446.
- [16] C.M. Hamm, T. Schafer, H. Zhang, C.S. Birkel, *Zeitschrift Für Anorg Und Allg Chemie*, **642**, 2016, 1397.
- [17] A. Fazili, M.R. Derakhshandeh, S. Nejadshamsi, L. Nikzad, M. Razavi, E. Ghasali, *Journal of Alloys and Compounds*, **136**, 2020, 153857.
- [18] K. Shirvanimoghaddam, E. Ghasali, A. Pakseresht, S.M.R. Derakhshandeh, M. Alizadeh, T. Ebadzadeh, *Journal of Alloys and Compounds*, **775**, 2019, 601.
- [19] M.R. Derakhshandeh, M.S. Naeini, E. Ghasali, A. Jam, A. Fazili, M. Alizadeh, *Ceramics International*, **45**, 2019, 6477.
- [20] S.M.R. Derakhshandeh, M.S. Gohari, E.K. Saeidabadi, A. Jam, A. Fazili, M. Alizadeh, *Ceramics International*, **44**, 2018, 13176.
- [21] A. Miyauchi, T.H. Okabe, *Materials Transactions*, **85**, 2010, 1004261066.
- [22] H. Kishimoto, K. Yamaji, M.E. Brito, T. Horita, H. Yokokawa, *Journal of Mining and Metallurgy Section B Metallurgy*, **44**, 2008, 39.
- [23] G.S. Park, G.G. Kim, S.J. Kim, *Journal of Nuclear Materials*, **352**, 2006, 80.
- [24] G.V. Chakravarthy, M. Chandran, S.S. Bhattacharya,

با مقایسه تصاویر الکترونی در حالت الکترون‌های برگشتی این نانو کامپوزیت قبل از آزمون سایش (شکل ۳ ب) و بعد از آزمون سایش (شکل ۹ ب) بطور واضح کاهش میزان فاز روشن بعد از آزمون سایش دیده می‌شود که اکسید شدن فازهای MAX پس از آزمون سایش را تایید می‌کند [۲۶، ۲۷]. لازم بذکر است که مکانیزم سایش اکسیداسیون و تشکیل لایه‌های اکسیدی یکی از متداول‌ترین مکانیزم‌های سایش در فازهای MAX می‌باشد؛ تصویر نقشه عنصری از نانو کامپوزیت تهیه شده پس از آزمون سایش نیز این پدیده را تایید می‌کند همان‌طور که در شکل ۱۰ مشاهده می‌شود. مناطق غنی از وانادیوم مربوط به فازهای MAX اکسید نشده است در حالی که مناطقی که دارای مقادیر کمتری وانادیوم هستند، حاکی از وجود اکسید وانادیوم است.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق، خصوصیات ریزساختاری، مکانیکی و تریبولوژیکی نانو کامپوزیت‌های مبتنی بر V_4AlC_3 سنتز شده، با روش سینتر جرقه پلاسمای واکنشی (RSPS) توسط مواد اولیه جدید مورد بررسی قرار گرفت. پودرهای $V_2O_5:Al:C$ با نسبت مولی ۱:۶:۱/۵ در دمای $1400^\circ C$ قرار گرفتند. نتایج XRD نشان داد که V_4AlC_3 به عنوان فاز اصلی در کنار محصولات جانبی V_2AlC و Al_2O_3 تشکیل شده است. مطالعات ریزساختاری توزیع یکنواخت فازها با مقدار بسیار کمی تخلخل را نشان داد. ریزساختار لایه‌ای نانو کامپوزیت تشکیل فاز مکس را تایید کرد. آزمایشات میکروسختی از مناطق تیره و روشن نمونه که در تصاویر آنالیز FESEM نشان داده شده است وجود مواد سخت و نرم در این نانو کامپوزیت را تایید می‌کند. اعداد بدست آمده از آزمایش خواص مکانیکی برای مناطق روشن و تیره به ترتیب $6/89 \pm 0/04$ GPa و $19/23 \pm 0/32$ GPa گزارش شده است. استحکام خمشی برای این نمونه 388 ± 18 مگاپاسگال بدست آمده است. میزان سایش برای نانو کامپوزیت تهیه شده $2/4 \times 10^{-4}$ mm^3/Nm بدست آمده است. مطالعات

- [26] Z. Wang, X. Li, X. Wang, S. Cai, P. Ke, A. Wang, *Surface and Coatings Technology*, **304**, 2016, 553.
- [27] S. Gupta, D. Filimonov, V. Zaitsev, T. Palanisamy, M.W. Barsoum, *Wear*, **264**, 2008, 270.
- M.S.R. Rao, M. Kamaraj, *Applied Surface Science*, **261**, 2012, 520.
- [25] S. Oktay, Z. Kahraman, M. Urgan, K. Kazmanli, *Applied Surface Science*, **328**, 2015, 255.