

## بهبود خواص مکانیکی پوشش‌های پلاسمایی نانو ساختار اکسید کروم

### از طریق ایجاد نانو کامپوزیت $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-20YSZ-10SiC}$

سید مهدی هاشمی<sup>۱</sup>، نادر پروین<sup>\*۱</sup>، ضیاء والفی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

<sup>۲</sup> دانشکده مواد فلزی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۷/۰۳/۲۴، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۷/۰۵/۲۷، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۷/۰۶/۰۵

**چکیده** در این پژوهش تولید پوشش نانو ساختار  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-20YSZ-10SiC}$  از طریق آسیاکاری جداگانه پودرهای اولیه اکسید کروم، YSZ و کاربید سیلیسیم به مدت پنج ساعت در آسیاب با انرژی بالا، مخلوط پودرهای آسیاب شده به ترتیب به نسبت‌های ۷۰، ۲۰ و ۱۰ درصد حجمی و در ادامه پوشش پودرهای آگلومره بر سطح زیرلایه فولادی ضدزنگ 304L انجام گرفت. پس از آن خواص مکانیکی پوشش‌های تولیدی شامل سختی، استحکام چسبندگی و چقرمگی در مقایسه با پوشش نانو ساختار اکسید کروم خالص ارزیابی گردید. براساس آنالیزهای اشعه ایکس از پودرهای آسیاب شده و پوشش‌ها، هیچ فاز جدیدی در حین آسیاکاری پودرها و پوشش پلاسمایی ایجاد نگردید. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار پوشش‌ها نشان دادند که پوشش‌های تولیدی دارای ساختار نانو هستند. براساس آنالیز تصویری عکس‌های میکروسوپ نوری از سطح مقطع پوشش‌ها، با ایجاد کامپوزیت درصد تخلخل‌ها در پوشش تولیدی از ۸۷ به ۱۲٫۸ افزایش یافت. ارزیابی خواص مکانیکی پوشش‌ها نشان داد که پوشش‌های تولیدی دارای استحکام چسبندگی بالایی در محدود ۴۰-۴۹ مگاپاسکال بودند. هم‌چنین با افزودن ذرات YSZ و SiC تا مقادیر به ترتیب ۲۰ و ۱۰ درصد حجمی به پوشش نانو ساختار اکسید کروم و ایجاد کامپوزیت، مقادیر میانگین سختی پوشش از ۸۲۳ به ۹۱۰ ویکرز و چقرمگی آن از  $78 \text{ MPam}^{1/2}$  به  $81 \text{ MPam}^{1/2}$  افزایش یافتند.

**واژه‌های کلیدی:** نانو کامپوزیت،  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-YSZ-SiC}$ ، سرامیک، آسیاکاری، پوشش پلاسمایی، خواص مکانیکی.

## Improving Mechanical Properties of Nanostructured $\text{Cr}_2\text{O}_3$ Plasma Sprayed Coating through formation of $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-20YSZ-10SiC}$ Nanocomposite Coatings

S.M. Hashemi<sup>1</sup>, N. Parvin<sup>\*1</sup>, Z. Valfi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of Mining & Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran

<sup>2</sup> Department of Metallic Materials, Malek-Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

**Abstract**  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , YSZ and SiC nano-powders were prepared by ball milling and subsequently mixed and agglomerated to reach the proper composition and size for spraying. Morphological investigations and particle size analysis showed that powder particles after 5h of milling time reached to an ultrafine/nano size. The powder mixtures were then deposited onto 304L steel substrates using Atmospheric Plasma Spray (APS) to deposit  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-20vol\%YSZ-10vol\%SiC}$  composite coating. Microstructure and morphology of the elemental/milled powders and plasma sprayed coatings were characterized using Field Emission scanning electron microscopy (FESEM) equipped by EDS. X-ray diffraction (XRD) patterns of powder particles and coatings included only the elemental peaks without any traces of impurities and new appearance peaks. Using image analysis method, the coatings porosity content increased from 8.7 to 12.8 through formation of composite coating. Also mechanical properties of the coatings including bonding strength, micro hardness and fracture toughness were evaluated. The results showed that coatings have high bonding strength of 40-49 MPa. Regarding hardness and toughness results, adding reinforcements to  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  coating increased hardness and toughness to 910 HV and  $8.1 \text{ MPam}^{1/2}$ , respectively.

**Keywords:** Nanocomposite,  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-YSZ-SiC}$ , Ceramic, Ball Milling, Plasma Spray, Mechanical Properties.

\*عهده دار مکاتبات

نشانی: تهران- خیابان حافظ- دانشگاه صنعتی امیر کبیر- دانشکده مهندسی متالورژی، گروه مهندسی معدن و متالورژی- تلفن: ۰۲۱-۶۴۵۴۲۹۰۰ پیام نگار:

nparvin@aut.ac.ir

## ۱- مقدمه

کاربرد آن را چه به صورت پوشش و چه به صورت بالک محدود می‌سازد [۱۵و۱۸].

به طور کلی سرامیک‌ها موادی سخت و ترد با انعطاف‌پذیری و چقرمگی پایین هستند که به طور معمول نقطه ذوب بالایی داشته و عایق‌های الکتریکی و حرارتی به شمار آمده، در برابر خوردگی مقاوم هستند و به خاطر سختی زیاد و ضریب اصطکاک پایین، سایش قطعات را در بسیاری از کاربردهای صنعتی کاهش می‌دهند [۱۹ و ۲۰].

تاکنون مطالعات بسیاری در زمینه بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی ذرات پرکاربرد از جمله ذرات سرامیکی  $Cr_2O_3$ ،  $YSZ$  و  $SiC$  و در جهت بهبود خواص آن‌ها از طریق ایجاد کامپوزیت صورت گرفته است که خلاصه آن در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱. برخی از خواص سرامیک‌های  $Cr_2O_3$ ،  $YSZ$  و  $SiC$  [۲۸-۳۸]

پارامتر	$Cr_2O_3$	$YSZ$	$SiC$
نقطه ذوب ( $^{\circ}C$ )	۲۳۰۰	۲۶۸۰	۲۶۹۷
چگالی ( $g/cm^3$ )	۵/۲	۵/۹-۶/۱	۳/۲
ضریب انبساط حرارتی ( $10^{-6}/K$ )	۷/۵-۹/۵	۱۰/۵-۱۲	۴/۶-۶
هدایت حرارتی ( $W/mK$ )	۱۰-۳۳	۲	۱۱۴
چقرمگی شکست ( $MPa.m^{1/2}$ )	۳/۹-۴/۴	۷-۱۲	۲/۴-۴/۴
سختی ویکرز ( $GPa$ )	۲۹/۵	۱۰-۱۲/۵	۲۵-۳۰

در بسیاری از تحقیقات پیشین، به منظور افزایش چقرمگی، کاهش مدول الاستیسیته و مقاومت به شوک حرارتی کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، از ذرات  $YSZ$  و همچنین جهت بهبود سختی، استحکام چسبندگی و مقاومت به سایش کامپوزیت، از ذرات  $SiC$  و از هر کدام به میزان ۰-۴۰ درصد حجمی در کامپوزیت استفاده شده است [۲۱ و ۲۶].

اکسید زیرکونیوم که در بسیاری از کامپوزیت‌ها به منظور بهبود چقرمگی افزوده می‌گردد، خود به تنهایی و در حالت خالص، استحاله چقرمه شدن<sup>۱</sup> که استحاله تراگونال به مونوکلینیک است را از خود نشان نمی‌دهد. برای چقرمه شدن ترکیب اکسید زیرکونیوم، به حضور فاز شبه پایدار<sup>۲</sup> تراگونال نیاز است و افزودن مقادیر مناسب از برخی از ترکیبات مثل  $CaO$ ،  $MgO$ ،  $Y_2O_3$ ،  $CeO$  و اکسیدهای نادر خاکی می‌تواند این فاز را در اکسید زیرکونیوم و در دمای محیط پایدار کند [۳۹].

پاشش پلاسمایی اتمسفری یکی از روش‌های پوشش‌دهی است که از اواخر دهه ۵۰ میلادی تحقیقات بسیاری روی آن صورت گرفته است. با توجه به دمای بالای پلازما در این فرآیند، تقریباً هر نوع ماده‌ای از جمله مواد سرامیکی و کامپوزیتی مقاوم به سایش و خوردگی را می‌توان با استفاده از این فرآیند روی زیرلایه‌های مختلف پوشش داد [۱-۴]. هزینه پایین فرآیند به نسبت حجم پوشش تولیدی، سرعت بالای پوشش‌دهی و کیفیت مناسب پوشش ایجاد شده از مزایای این فرآیند و از علل توسعه آن در مقایسه با دیگر فرآیندهای پوشش‌دهی است [۵].

از اوایل دهه ۹۰ میلادی عمده تحقیقات دانشمندان در جهت تولید کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی به منظور بهبود سختی، چقرمگی، مقاومت به سایش و در نتیجه افزایش کارایی آن‌ها صورت گرفته است [۳، ۶ و ۷]. یکی از راه‌های بهبود خواص مکانیکی از قبیل استحکام [۷]، سختی و داکتیلیته [۹ و ۸] و در نتیجه افزایش کاربرد سرامیک‌ها در صنایع مختلف، کاهش اندازه دانه آن‌ها است. لذا با ایجاد نانو کامپوزیت‌های سرامیکی می‌توان خواص مطلوب تری در آن‌ها ایجاد کرد [۶ و ۷].

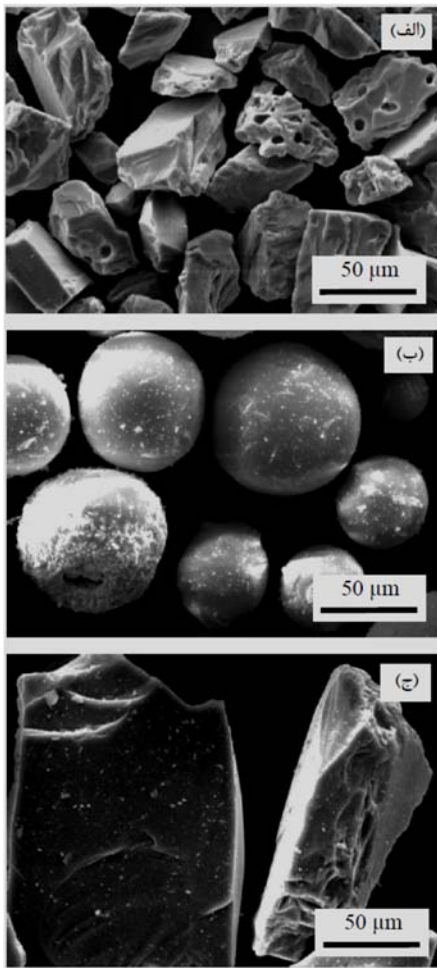
یکی از زمینه‌های مورد بحث در سال‌های ۲۰۱۶ و ۲۰۱۷ میلادی که توجه بسیاری از محققین را به خود جلب کرده است، تولید مواد نانو ساختار سرامیکی و پوشش‌های آن‌ها بوده است. لذا تحقیق روی تولید این گونه پوشش‌ها می‌تواند پاسخگوی بسیاری از چالش‌ها در زمینه تولید این دسته از مواد و در صنعت باشد [۱۰-۱۳].

سریع‌ترین و ساده‌ترین روش برای ایجاد پوشش‌های نانو ساختار، استفاده از نانو پودرها است [۱۴]. از بین فرآیندهایی که از طریق آن‌ها می‌توان پودرهای با اندازه نانو را تولید کرد روش آسیاکاری مکانیکی در مقیاس‌های وسیع و کاربردهای تجاری استفاده شده است [۱۲].

از جمله ترکیباتی که از طریق پاشش  $APS$  بر سطح مواد پوشش داده شده است اکسید کروم با فرمول  $Cr_2O_3$  و با نقطه ذوب بالا، مقاومت به خوردگی و مقاومت سایشی عالی در دمای محیط و دمای بالا است که آن را برای بسیاری از کاربردهای صنعتی مناسب ساخته است. البته چقرمگی پایین اکسید کروم،

<sup>2</sup> Metastable

<sup>1</sup> Transformation-Toughening



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از مورفولوژی پودرهای: الف- اکسید کروم، ب- YSZ و ج- کاربیدسیلیسیوم

عملیات آسیاکاری مکانیکی از طریق دستگاه آسیاب غلتشی<sup>۲</sup> دور بالا مدل NARYA MPM 2\*250 که از دو محفظه استوانه‌ای با حجم ۲۵۰ سی‌سی تشکیل شده بود انجام و در هر محفظه تعداد زیادی گلوله قرار گرفت. گلوله‌ها و محفظه از جنس فولاد سخت‌کاری شده بودند.

نسبت جرم گلوله به جرم پودر می‌بایست بین ۴۰ به ۱ تا ۵ به ۱ انتخاب شود تا انرژی لازم جهت آسیاب پودر فراهم گردد. گزارش شده است که نسبت ۱۰ به ۱ می‌تواند بهترین بازدهی را داشته باشد [۴۷]. از این‌رو در این تحقیق نسبت وزن گلوله به پودر ۱۰ به ۱ در نظر گرفته شد به گونه‌ای که ۶۵ درصد محفظه خالی باشد و در هر محفظه از ۲۵ گرم پودر به همراه ۲۵۰ گرم گلوله فولادی استفاده گردید. جهت انجام آسیاکاری با بازده بالاتر، باید در محفظه آسیاکاری ترکیبی از گلوله‌های آسیاکاری استفاده شود [۴۸] و لذا در محفظه از ترکیب گلوله‌های

پژوهش حاضر از ذره اکسید زیرکونیوم به همراه هشت درصد وزنی اکسید ایتریوم (8YSZ<sup>۱</sup>) استفاده گردیده است.

مطالعات نشان داده که انجماد سریع در فرآیند پاشش پلاسما موجب می‌گردد که در پوشش  $ZrO_2-(7-8) wt\% Y_2O_3$  فاز غیرتعادلی تتراگونال بدون اینکه به فاز مونوکلینیک تبدیل گردد، در دمای محیط در پوشش باقی بماند [۴۰ و ۴۱]. البته با افزایش دما و یا اعمال تنش به پوشش‌های تولیدی، بخشی از فاز تتراگونال می‌تواند به فاز مونوکلینیک تبدیل گردد. در اثر این استحاله حدود چهار درصد افزایش حجم در ماده خواهیم داشت که این امر موجب ایجاد تنش‌های فشاری در پوشش و بسته شدن نوک ترک‌های موجود گردیده و در نتیجه استحکام و چقرمگی پوشش افزایش خواهد یافت [۲۱ و ۲۳ و ۴۱-۴۶].

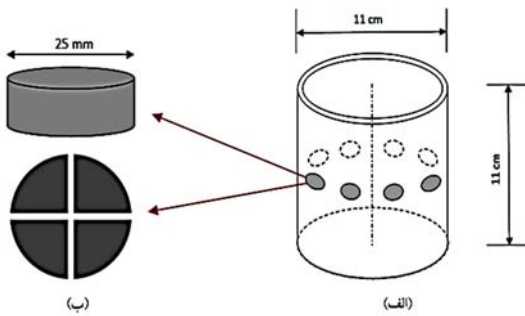
با توجه به اینکه پوشش اکسید کروم برای استفاده در کاربردهای مختلف از جمله کاربردهای سایشی، بایستی خواص مکانیکی عالی داشته باشد، لذا در پژوهش حاضر سعی بر بهبود توأمان چقرمگی و سختی پوشش‌های پرکاربرد اکسید کروم از طریق به‌کارگیری ذره چقرمه YSZ و ذره سرامیکی سخت SiC و در نتیجه ارتقاء خواص مکانیکی پوشش از طریق ایجاد کامپوزیت بوده است.

## ۲- روش تحقیق

در این تحقیق به منظور ساخت پوشش کامپوزیتی مورد نظر، از ذرات پودرهای اولیه اکسید کروم (زمینه) و ذرات YSZ و کاربیدسیلیسیوم (به‌عنوان تقویت‌کننده‌ها) و به ترتیب با توزیع اندازه‌های ۷۰-۲۰، ۶۰-۱۰ و ۱۵۰-۱۰۰ میکرون استفاده شده است. شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی از مورفولوژی ذرات پودر اولیه را نشان می‌دهد.

<sup>2</sup> Tumbler

<sup>1</sup> Ytria-Stabilized Zirconia



شکل ۲. تصویر شماتیک از الف) فیکسچر و ب) زیرلایه های مورد استفاده در فرآیند پاشش پلاسمایی

پیش از انجام پاشش پلاسمایی، تصاویر میکروسکوپ الکترونی از مورفولوژی پودرهای آگلومره شده گرفته شد. در ادامه، پس از انجام پوشش دهی، جهت دست یابی به مورفولوژی سطحی، تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح پوشش ها گرفته شد و همچنین برای بررسی فازهای تشکیل شده در پوشش، آنالیزهای اشعه ایکس روی پوشش های حاصله انجام گرفت.

هر یک از مخلوط های پودری با استفاده از چسب پلی وینیل الکل به صورت گرانوله در آمدند. هر پنج گرم مخلوط پودری مورد نظر را با یک گرم چسب مخلوط کرده و برای مدت ۱۰ دقیقه بر روی هیتر و در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد حرارت داده تا پودرهای خشک و گرانوله به دست آیند. پس از آن، پودرها از طریق الک های شماره ۱۲۰ و ۶۳۵ غربال گردیدند تا ذرات پودری با اندازه بین ۲۰ تا ۱۲۵ میکرون به دست آیند. پاشش پلاسمایی اتمسفری توسط سیستم پلاسمای مدل F4 ساخت شرکت Sulzer Metco و با به کارگیری مخلوط های پودری غربال شده انجام شد. بیشینه توان تولیدی در مشعل پلاسمای برابر با ۵۵ کیلووات و ولتاژ قوس پلاسمای نیز روی ۶۰ ولت تنظیم شد.

به طور اساسی چسبندگی پوشش با اتصال مکانیکی است و به صورت موضعی با نیروهای اتصال شیمیایی مواد پوشش به زیرلایه تأمین می گردد. برای به دست آوردن چسبندگی قوی در پوشش، سطح تمیز شده زیرلایه باید توسط ماسه پاشی<sup>۴</sup> ناهموار شود. این عمل، اتصال خوب مکانیکی را فراهم می کند [۴۹-۵۱].

با قطرهای ۱۰ و ۱۵ میلی متر و به ترتیب هر کدام به تعداد ۲۲ و ۱۲ عدد استفاده شد.

برای جلوگیری از اکسیداسیون و یا نیتراسیون پودر، عملیات آسیاکاری مکانیکی تحت اتمسفر خنثی (گاز آرگون) انجام شد. همچنین جهت جلوگیری از آگلومره شدن ذرات پودری در حین آسیاکاری، به میزان دو در صد وزنی اسید استتاریک (به همراه ۱۰ سی سی الکل اتانول) به عنوان عامل کنترل فرآیند (PCA)<sup>۱</sup> نیز به پودرهای محفظه اضافه گردید.

در این پژوهش جهت دست یابی به پودرهای نانو و یا فوق ریز<sup>۲</sup>، آسیاکاری با بیشینه سرعت چرخش محفظه آسیاب که برابر با ۵۰۰ دور بر دقیقه بود، انجام شد و پودرهای اولیه، هر کدام به صورت جداگانه و به مدت پنج ساعت آسیاب و پس از آن درب محفظه باز و پودرهای آسیاب شده خارج گردیدند. برای اندازه گیری توزیع ذرات پودر، از یک دستگاه اندازه گیر توزیع اندازه ذرات (PSA)<sup>۳</sup> استفاده شد. پس از پنج ساعت آسیاکاری پودرها، مخلوط پودری  $Cr_2O_3+20YSZ+10SiC$  با درصد های حجمی مورد نظر از پودرهای اولیه تهیه گردیدند. جهت تهیه مخلوط پودری، با در نظرگیری چگالی واقعی ذرات پودری  $Cr_2O_3$ ،  $YSZ$  و  $SiC$  که به ترتیب برابر با ۵/۲، ۵/۷ و ۳/۲ گرم بر سانتی متر مکعب می باشند، ذرات اولیه با درصد های جرمی به ترتیب ۷۱/۵ و ۲۱/۲۳ و ۶/۲۷ با یکدیگر مخلوط شده و سپس جهت استفاده در فرآیند پاشش پلاسمایی اتمسفری به صورت آگلومره در آمدند.

زیر لایه مورد استفاده در این پژوهش از جنس فولاد 304L و به شکل دیسک به قطر ۲۵ میلی متر و ارتفاع ۱۰ میلی متر انتخاب گردیده است. این نوع از فولاد کاربردهای زیادی را در صنایع مختلف از جمله صنعت نفت و گاز که قطعات نیاز به مقاومت به سایش و خوردگی بالا دارند، پیدا کرده است.

جهت نگه داری نمونه های زیرلایه تهیه شده به منظور انجام پاشش پلاسمایی، از یک فیکسچر به شکل استوانه توخالی، با قطر ۱۱ سانتی متر که در آن هشت نمونه زیرلایه قرار می گیرند، استفاده گردید (شکل ۲).

<sup>3</sup> Particle Size Analyzer  
<sup>4</sup> Sand blasting

<sup>1</sup> Process Control Agent  
<sup>2</sup> Ultra-fine

تعداد پاس	۱	۲۸
ضخامت پوشش (میکرون)	۹۰	۳۱۰
		۲۸۰

آزمون زبری سنجی از طریق دستگاه زبری سنج مدل Mitutoyo SJ-201 برای تعیین زبری سطحی بر روی نمونه‌های پاشش انجام گرفت. مقدار زبری‌های گزارش شده، میانگین پنج اندازه‌گیری از قسمت‌های مختلف سطح نمونه‌ها می‌باشد.

برای اندازه‌گیری سختی نمونه‌ها از آزمون سختی سنجی ویکرز و با استفاده از دستگاه سختی سنج مدل OSK 14218-1 محصول شرکت OGAWA SEIKI CO., LTD و تحت بار ۲۰۰ گرم در سطح پوشش‌ها<sup>۵</sup> استفاده شد. هر سختی میانگین انجام ده عدد آزمایش بر روی قسمت‌های مختلف نمونه‌ها بود. به منظور جلوگیری از اثر تنش فرورونده، فاصله بین هر محل آزمون سه برابر طول لوزی ناشی از اثر فرورونده بود.

بهترین روش برای محاسبه و مقایسه چقرمگی شکست مواد ترد روش فرورونده یا IF<sup>۶</sup> است که در آن از طریق اعمال نیرو به وسیله فرورونده ویکرز و طول ترک ایجاد شده و با در نظرگیری سختی و مدول یانگ ماده چقرمگی به دست می‌آید [۷، ۵۵ و ۵۶]. برای اندازه‌گیری چقرمگی پوشش، از آزمون IF و تحت نیروی ۱۰۰ کیلوگرم بر سطح پوشش استفاده شد. نتایج حاصل میانگین مقادیر به دست آمده از انجام شش آزمون بر هر نمونه است.

ارزیابی استحکام چسبندگی پوشش به زیرلایه از طریق آزمون کشش و تحت شرایط استاندارد ASTM C633 انجام گرفت. استحکام چسبندگی، میانگین اعداد به دست آمده از انجام چهار آزمون بر روی هر نمونه است.

جهت محاسبه چقرمگی مواد، فرمول‌های مختلفی تاکنون توسط محققان مختلف ارائه گردیده است. در این پژوهش از فرمول Evans & Charles که در سال ۱۹۷۶ جهت محاسبه چقرمگی شکست مواد ترد پیشنهاد گردیده، استفاده شده است:

$$K_{IC} = 0.0752 \times \left( \frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (1)$$

جهت ایجاد زبری مناسب بر سطح زیرلایه، دقیقاً قبل از پوشش‌دهی، زیرلایه تحت عملیات ماسه‌پاشی با ماسه‌های سیلیسی قرار گرفتن و پس از آن به وسیله فشار باد و اتانول غبارزدایی شدند تا آلودگی‌هایی که مانع چسبیدن پوشش به زیر-لایه می‌گردند، به طور کامل حذف شوند. پس از این عملیات، زبری متوسط نمونه‌ها ۷/۳۵ میکرومتر بود که از طریق دستگاه زبری سنج اندازه‌گیری شد.

قبل از ایجاد پوشش نهایی، یک پوشش میانی (باندکت<sup>۱</sup>) با ترکیب Ni-5%Al (Amdry 956) ایجاد گردید. شرایط پاشش‌های حرارتی صورت گرفته برای ایجاد پوشش میانی و پوشش بالایی (اصلی) در این پژوهش به طور کلی مطابق با جدول ۲ صورت گرفته است. لازم به ذکر است پاشش‌های اصلی پس از پیش‌گرم زیرلایه‌ها تا ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد روی نمونه‌ها انجام گرفت.

ذرات ذوب شده در فرآیند پاشش پلاسمایی در اثر برخورد با زیرلایه، سرد و منجمد می‌شوند و در اثر این انجماد در پوشش تنش کششی و در سطح زیرلایه تنش فشاری ایجاد می‌گردد. استحکام چسبندگی پوشش به زیرلایه در پاشش‌های حرارتی تابعی از زبری سطحی قبل از پاشش‌دهی و تنش‌های پسماند ناشی از انقباض پوشش در حین انجماد می‌باشد. اگر ضریب انبساط حرارتی پوشش و زیرلایه اختلاف زیادی داشته باشند، ممکن است یک پوشش ضخیم در این حالت به دلیل تنش‌های داخلی ایجاد شده به چسبندگی خوبی به زیرلایه نداشته باشد. به منظور کاهش این تنش‌ها می‌توان از پیش‌گرم زیرلایه و یا انتخاب مواد پوشش با ضریب انبساط کمتر استفاده کرد [۵۲-۵۴].

جدول ۲. شرایط پاشش پلاسمایی جهت ایجاد پوشش‌های میانی و اصلی

متغیرها	پوشش	پوشش
شدت جریان (آمپر)	۶۰۰	۶۰۰
ولتاژ (ولت)	۵۷	۵۷
فاصله پاشش (سانتی‌متر)	۱۱	۶
جریان گاز هیدروژن (لیتر بر دقیقه)	۱۰	۱۰
جریان گاز آرگون (لیتر بر دقیقه <sup>۲</sup> )	۶۵	۲۵
جریان گاز حمل‌کننده (لیتر بر دقیقه)	۳/۲	۲/۹
سرعت گردش فیکسچر (دور بر دقیقه <sup>۳</sup> )	۱۰۰	۱۰۰
سرعت خطی <sup>۴</sup> تفنگ (میلی‌متر بر ثانیه)	۷	۷
نرخ تغذیه پودر (گرم بر دقیقه)	۵۱	۱۲

<sup>۴</sup> Traverse Speed

<sup>۵</sup> As-sprayed

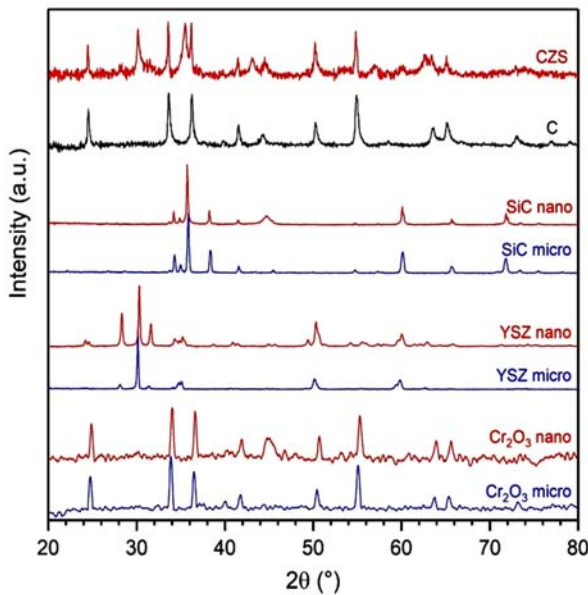
<sup>۶</sup> Indentation fracture

<sup>۱</sup> Bond Coat

<sup>۲</sup> Standard Liter per Minute (slpm)

<sup>۳</sup> Round per Minute (RPM)

به علاوه، عدم انحراف مشهود در پیک‌ها نیز حاکی از عدم تشکیل محلول جامد در حین پاشش است.



شکل ۳. الگوهای پراش اشعه ایکس پودرهای اولیه، آسیاشده و پوشش‌ها

با مقایسه الگوهای پراش پوشش‌های C و CZS مشاهده می‌گردد که در الگوی پراش پوشش CZS، پیک‌های صفحات بلوری ذرات YSZ در زوایای ۳۰، ۳۵ و ۶۰ درجه (به ترتیب مربوط به صفحات (۰۰۲)، (۲۰۰) و (۳۰۲))، و همچنین پیک ذرات SiC در زاویه ۳۴ درجه (مربوط به صفحه (۱۰۱)) به پوشش C اضافه شده است. البته برخی از دیگر پیک‌های ذرات SiC با پیک‌های ذرات Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و YSZ هم‌پوشانی دارد. هم‌چنین مشاهده می‌گردد که پیک‌های پوشش‌های تولیدی در مقایسه با پودرهای آسیاشده، پهن‌تر شده‌اند که این واقعیت مربوط به آمورف و ریزدانه شدن بیشتر ذرات پودر به دلیل انجماد سریع حاصل از برخورد ذرات ذوب شده پودر به زیرلایه است.

مهم‌ترین تفاوت الگوهای XRD پودرهای آسیاکاری شده با الگوی XRD مخلوط پودر اولیه قبل از آسیاکاری، در پهنای بیشتر پودرهای آسیاب شده است که این امر به دلیل ریزدانه شدن ذرات پودر می‌باشد. علاوه بر این، پیک‌ها در اثر آسیاکاری به میزان اندکی به سمت زوایای بزرگتر تغییر موقعیت داده‌اند که همه این موارد نشان‌دهنده افزایش تنش‌های پسماند فشاری و

که در آن P نیروی فرورونده به نیوتن و C طول ترک (از مرکز اثر لوزی شکل تا نوک ترک) به متر است [۵۶].

به منظور شناسایی ساختار و فازهای ذرات پودر مواد اولیه و پوشش تهیه شده از روش پراش پرتو ایکس (XRD)<sup>۱</sup> استفاده گردید. آزمون‌ها با دستگاه پراش پرتو ایکس ساخت شرکت امریکایی Philips مدل X-PERT-MPD تحت ولتاژ ۴۰ کیلوولت و جریان ۳۰ آمپر صورت گرفت. در تمام آزمایش‌ها از اشعه ایکس CuK $\alpha$  با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم استفاده شد. اندازه گام ۰/۰۵ درجه و محدوده روبش از ۲۰ تا ۱۰۰ درجه انتخاب شد.

برای محاسبه درصد تخلخل‌ها در پوشش‌های C و CZS از روش آنالیز تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح مقطع پوشش‌ها و با بزرگنمایی ۱۰۰ برابر استفاده شد. این روش بر- مبنای تفاوت بین رنگ‌های مختلف و محاسبه درصد هریک از رنگ‌ها است. این آنالیز با استفاده از نرم‌افزار MIP<sup>۱</sup> و با به- کارگیری روش محاسبه Cloud<sup>۲</sup> انجام شد. درصدهای تخلخل به‌دست آمده، میانگین مقادیر ۱۰ بار اندازه‌گیری تخلخل‌ها در هر نمونه می‌باشد.

میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FESEM<sup>۳</sup>) برای مطالعه ریزساختار و مورفولوژی ذرات پودر و سطح بالایی و مقطع برش عرضی پوشش‌ها به‌کار گرفته شد. علاوه بر این، میکروآنالیز عنصری ذرات پودر و پوشش نیز به کمک روش آنالیز توزیع انرژی پرتو ایکس (EDS<sup>۴</sup>) تعیین گردید.

### ۳- نتایج و بحث

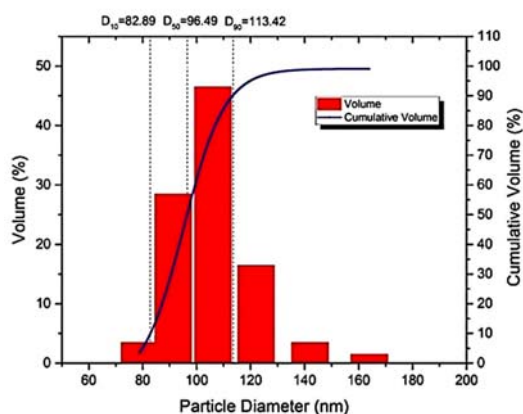
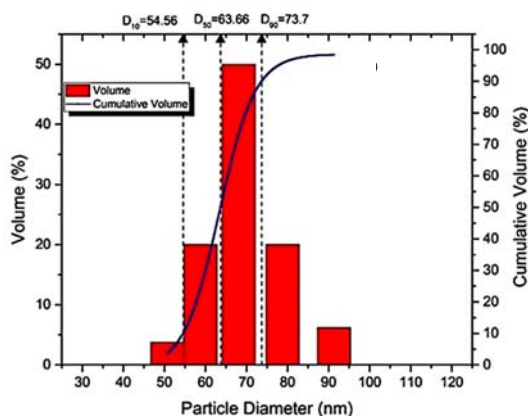
به منظور ارزیابی خلوص پودرهای اولیه مصرفی و آسیاشده و هم‌چنین پوشش‌ها، نمونه‌های تهیه شده توسط پراش اشعه ایکس مورد بررسی قرار گرفتند. در شکل ۳ الگوهای پراش اشعه ایکس پودرها و پوشش‌ها آورده شده است. همان‌گونه که مشخص است هیچ فاز اضافی در الگوهای پراش اشعه ایکس وجود نداشت به‌طوری‌که در محدوده زاویه اندازه‌گیری، تنها پیک‌های مربوط به اکسید کروم، YSZ و کاربیدسیلیسیوم دیده می‌شوند که این امر ناشی از عدم وجود ناخالصی و یا ایجاد فاز جدید در حین آسیاکاری و هم‌چنین گذر از منطقه پلاسما است.

<sup>3</sup> Field Emission Scanning Electron Microscope  
<sup>4</sup> Energy Dispersive X-ray Spectrometry

<sup>1</sup> Medical Image Processing  
<sup>2</sup> Cloud Computing

با تخلخل بسیار پایین و خواص مکانیکی عالی و منحصر به فرد به دست خواهد آمد [۵۹ و ۱۲].

در نهایت پوشش‌ها از لحاظ مورفولوژی سطح رویی و سطح مقطع تحت ارزیابی قرار گرفتند. تصاویر مربوطه به ترتیب در شکل های ۵ و ۶ آمده است. همان‌گونه که در شکل ۵ آشکار است، ذرات پودر نانو پس از پاشش، تشکیل پوشش‌هایی با ذرات با ابعاد نانو را داده‌اند به‌گونه‌ای که هر ذره میکرو، خود از تجمع هزاران ذره نانو تشکیل شده است. با دقت در شکل ۶ متوجه خواهیم شد که در این پوشش چهار ناحیه با رنگ‌های سفید، خاکستری روشن، خاکستری تیره و مشکی دیده می‌شود که به‌طور نسبتاً همگن در کل پوشش توزیع شده‌اند. در بین مناطق خلل و فرج‌های میکروسکوپی دیده می‌شود (جهت فلش‌ها در شکل ۶ (ب) نواحی مختلف را نشان می‌دهد).



کرنش‌های الاستیک در پودرها و کاهش اندازه دانه بر اثر آسیاکاری می‌باشد.

آسیاکاری باعث کاهش اندازه ذرات، افزایش کرنش‌های الاستیک در شبکه بلوری پودرها (با توجه به تولید نابجایی‌ها و دیگر عیوب شبکه) و تغییر فاصله صفحات بلوری در نقاط مختلف به میزان‌های متفاوت شده و در نتیجه پهن شدن و کاهش شدت پیک‌های XRD را به دنبال خواهند داشت. افزایش پهنای پیک‌ها در حین آسیاکاری را می‌توان به عنوان معیاری برای کاهش اندازه دانه‌ها نیز در نظر گرفت [۵۸ و ۸، ۵۷].

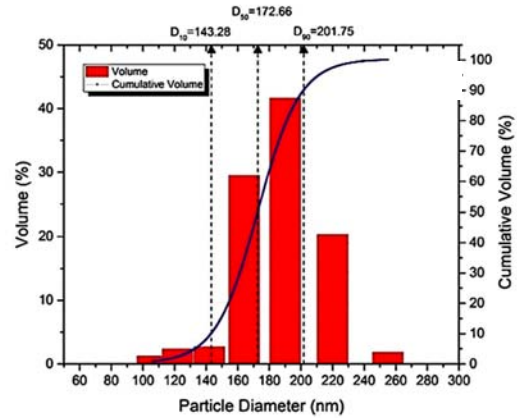
شکل ۴ توزیع اندازه ذرات پودر را پس از پنج ساعت آسیاکاری نشان می‌دهد. برای اندازه‌گیری توزیع ذرات پودر، از یک دستگاه اندازه‌گیر توزیع ذرات (PSA)<sup>۱</sup> استفاده گردید. پس از آسیاکاری، ذرات اکسید کروم در محدوده ۸۰-۶۰ نانومتر قرار دارند که محدوده باریکی از مقادیر ذرات نانو است. توزیع اندازه ذرات YSZ در محدوده ۹۰-۱۲۰ نانومتر به دست آمد که محدوده اندازه نانو و فوق‌ریز می‌باشد. ذرات کاربیدسیلیسیم آسیاشده نیز دارای توزیع اندازه ذرات در محدوده فوق‌ریز بین ۱۶۰-۲۲۰ نانومتر بودند که این بزرگ‌بودن ذرات آسیاشده به دلیل بزرگ بودن ذرات اولیه کاربیدسیلیسیم مورد استفاده است.

مشکل اصلی در پاشش ذرات در اندازه نانو، رسوب‌دهی این ذرات از طریق فرآیند پاشش پلاسمایی به دلیل جرم کم ذرات و جریان‌پذیری کم آنها است. از طرف دیگر، با توجه به نرخ انجماد پایین‌تر ذرات پودر درشت‌تر، تنش‌های پسماند ایجاد شده در پوشش‌های تولیدی از این ذرات کمتر است ولی میزان تخلخل در آنها در مقایسه با پوشش‌های تولید شده از ذرات نانو بیشتر است. لذا آگلومره‌شدن این ذرات جهت تولید آگلومره‌هایی با قطر ۱۰ تا ۱۰۰ میکرون جهت استفاده در فرآیند پاشش پلاسمایی اجتناب‌ناپذیر است [۵۹، ۱۲، ۵۹ و ۶۰].

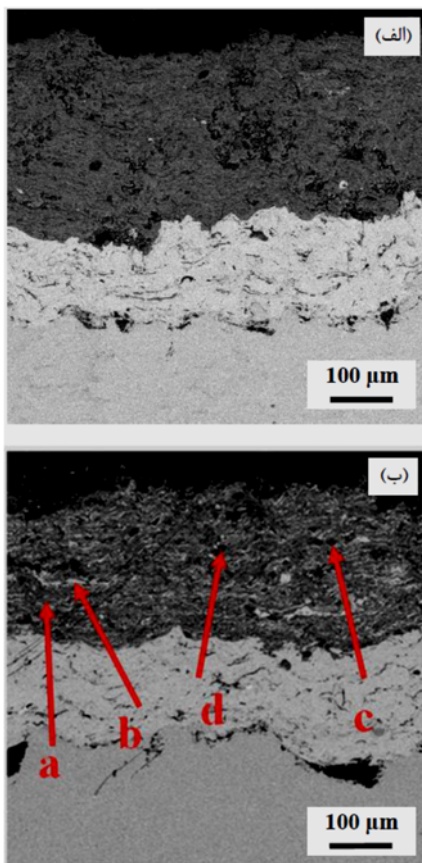
با توجه به اینکه ذرات پودر نانو که آگلومره شده‌اند خود دارای تخلخل می‌باشند لذا پوشش تولیدی از آنها نیز متخلخل خواهد بود. اگر منطقه ذوب کامل شده در پوشش به‌گونه‌ای باشد که نتواند به درستی در اطراف ذرات ذوب نشده یا ذوب جزئی شده قرار بگیرد ساختار پوشش متخلخل خواهد بود. اگر پاشش پلاسمایی با پارامترهای درست انجام گیرد به‌گونه‌ای که نفوذ در سطح ذرات به درستی و کامل انجام گیرد، پوشش‌های متراکم،

<sup>۱</sup> Particle Size Analyzer

سیلیسیم تشخیص داده شدند. با توجه به اینکه ذرات کاربید سیلیسیم ذرات تردی هستند، در آسیاکاری به راحتی خرد و شکسته شده و در تصاویر SEM به صورت ذرات ریزتری دیده می‌شوند. مناطق مشکی رنگ در تصاویر SEM نیز به حفرات و تخلخل‌های ایجاد شده در پوشش‌های پلاسمایی مربوط است. منشأ این تخلخل‌ها می‌تواند ذرات ذوب نشده و یا ذوب جزئی شده‌ای باشند که در هنگام رسوب‌دهی و تشکیل پوشش نتوانسته است فضاهای خالی اطراف خود را پر کنند. از طرفی تخلخل‌ها ممکن است به علت گرم شدن بیش از حد و تبخیر ذرات بسیار ریز در اثر دمای بالای شعله پلاسما و یا محبوس شدن حباب‌های هوا در حین پاشش، به وجود آمده باشند.

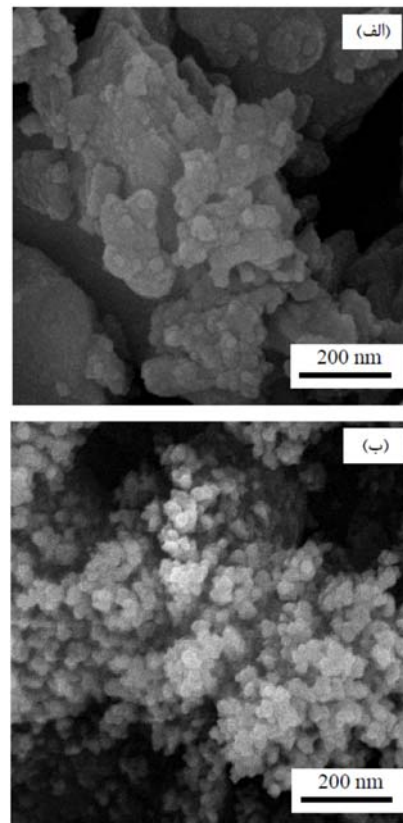


شکل ۴. توزیع اندازه ذرات پس از پنج ساعت آسیاکاری: الف- اکسید کروم، ب- YSZ، ج- کاربید سیلیسیم



شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی از سطح مقطع پوشش الف-C و ب-CZS

شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ نوری مورفولوژی‌های سطح مقطع پولیش شده پوشش‌های C و CZS را در بزرگنمایی ۱۰۰ برابر نشان می‌دهد. ساختارهای لایه‌ای پوشش‌های رسوب داده شده به وضوح دیده می‌شوند. پیوندهای مکانیکی در فصل- مشترک پوشش/ زیرلایه به خصوص در نمونه C به خوبی برقرار

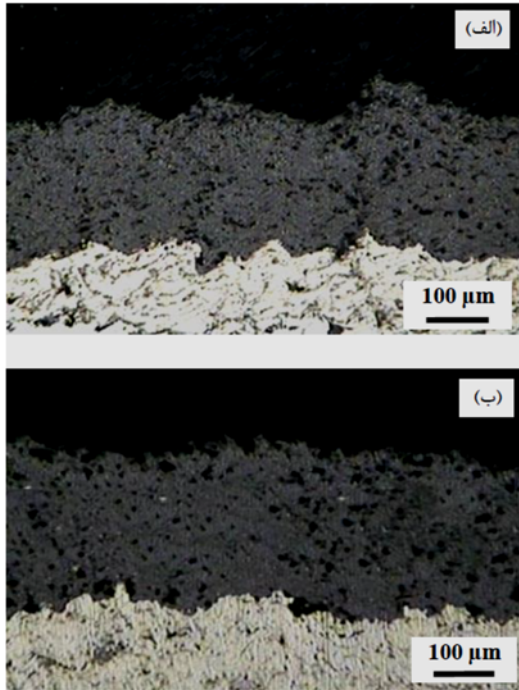


شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مورفولوژی پوشش‌های الف-C و ب-CZS

مطابق با آنالیز عنصری صورت گرفته از فازهای مختلف تشکیل شده در پوشش پلاسمایی CZS، منطقه خاکستری روشن (a) که درصد بالایی از پوشش را به خود اختصاص داده است و بقیه فازها در داخل این ناحیه به طور نسبتاً همگن توزیع شده‌اند، اکسید کروم است. مناطق سفید (b) و خاکستری تیره (c) که در زمینه ناحیه روشن توزیع شده‌اند، به ترتیب YSZ و کاربید



کم دشوار است [۶۱]. بنابراین، یکی از دستاوردهای این تحقیق، دستیابی به درصد تخلخل‌های کمتر به دلیل استفاده از پودرهای اولیه نانواندازه است.



شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح مقطع پولیش شده پوشش‌های الف- C و ب- CZS

از طریق آزمون سختی‌سنجی ویکرز بر پوشش‌های پلاسمایی، سختی پوشش C و CZS به ترتیب ۸۲۳ و ۹۱۰ ویکرز به‌دست آمدند. ذرات اکسیدکروم و کاربیدسیلیسیوم تقریباً سختی یکسانی دارند و لذا می‌توان سختی کمی بالاتر پوشش CZS در مقایسه با پوشش C را به سختی بالاتر کاربیدسیلیسیوم مربوط دانست.

نانو سرامیک‌ها در مقایسه با سرامیک‌های رایج سختی و چقرمگی بالاتر و مدول الاستیک و داکتیلیته پایین‌تر دارند. البته در برخی موارد، به دلیل وجود تخلخل‌های بالا در پوشش‌های نانو، مقادیر سختی در پوشش‌های تولیدی، برابر و یا در مواردی حتی کمتر از پوشش‌های رایج آن‌ها است [۷].

مقادیر مقاومت به گسترش ترک و چقرمگی شکست پوشش‌های تولیدی با به‌کارگیری فرمول Evans & Charles و مطابق با جدول ۳ محاسبه گردید. در شکل ۸ تصاویر حاصل از

شده‌اند و هیچ حفره یا ترک در فصل مشترک مشاهده نمی‌شود. مطابق شکل، سطح پوشش رویی و هم‌چنین فصل مشترک زیرلایه/ پوشش زبر است. زبری فصل مشترک زیرلایه/ پوشش به دلیل ذره‌پاشی بر سطح زیرلایه است، اما زبری سطح پوشش رویی از خواص پوشش‌های پاشش پلاسمایی (حضور اسپلت‌ها با درجه پهن‌شوندگی متفاوت) است. ضخامت متوسط پوشش‌های C و CZS با استفاده از تصاویر میکروسکوپ نوری  $280 \pm 15$  میکرون به‌دست آمد. ضخامت‌سنجی برای هر کدام از پوشش‌ها در ۱۰ ناحیه مختلف از سطح مقطع پولیش شده پوشش‌ها انجام شد و عدد فوق‌الذکر میانگین مقادیر به‌دست آمده است.

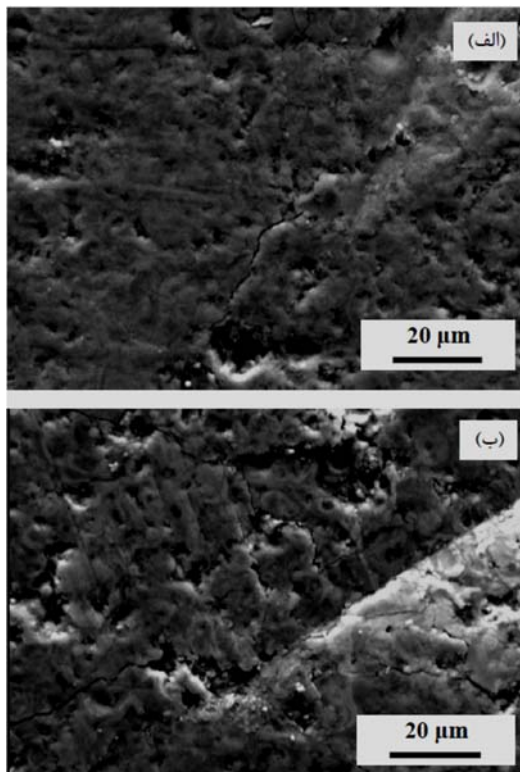
دمای ذوب زیرکونیا و کاربیدسیلیسیوم حدود  $4000^\circ\text{C}$  بیشتر از اکسید کروم است. از طرف دیگر، تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی تهیه شده از سطح مقطع پوشش‌ها در شکل ۶ نشان می‌دهند که با افزودن YSZ و SiC به‌علت دمای ذوب بیشتر نسبت به زمینه، درجه پهن‌شوندگی اسپلت‌ها کمتر شده است. با این اوصاف، پوشش CZS در مقایسه با پوشش C باید تخلخل بیشتری داشته باشد. البته می‌توان میزان بالای تخلخل در پوشش CZS را به هدایت حرارتی بالاتر ذرات کاربیدسیلیسیوم در مقایسه با دیگر ذرات و میزان بالای ذرات ذوب نشده کاربیدسیلیسیوم در پوشش نیز ارتباط داد. این با نتیجه حاصل از تخلخل‌سنجی به روش آنالیز تصویر مطابقت دارد.

برای محاسبه درصد تخلخل‌ها در پوشش‌های C و CZS از روش آنالیز تصویر و با استفاده از نرم‌افزار MIP<sup>۱</sup> و با به‌کارگیری روش محاسبه Cloud<sup>۲</sup> استفاده شد. میانگین درصد تخلخل پوشش‌های C و CZS به ترتیب  $12/8 \pm 3/1$  و  $8/7 \pm 2/2$  درصد حجمی به‌دست آمد.

یکی از راه‌های موثر در بهبود کیفیت ریزساختار، انتخاب ذرات پودر اولیه با اندازه مناسب است به‌طوری‌که استفاده از ذرات با اندازه متوسط کوچکتر، اندازه متوسط تخلخل‌ها را ناشی از کاهش نقص چیده شدن اسپلت‌ها، حبس گاز و ذرات ذوب نشده، کاهش می‌دهد. بنابراین در پاشش پلاسمایی پودرهای نانواندازه امکان دستیابی به پوشش متراکم تسهیل می‌شود. پاشش پلاسمای سرامیک‌ها نشان می‌دهد که در بیشتر سرامیک‌ها با دمای ذوب بالا، دستیابی به یک پوشش متراکم با تخلخل

<sup>2</sup> Cloud Computing

<sup>1</sup> Medical Image Processing



شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از اثر فرورونده ویکرز در آزمون چقرمگی تحت نیروی ۱۰۰ کیلوگرم بر پوشش‌های الف- C -ب- CZS

جدول ۳. چقرمگی شکست پوشش‌های پلاسمایی C و CZS

چقرمگی شکست (MPam <sup>1/2</sup> )	مقدار C (μm)	طول ترک (μm)	کد پوشش
۷,۹±۰,۲۰	۴۵۲±۸	۵۲±۴	C
۸,۱±۰,۱۸	۴۴۱±۷	۴۱±۳	CZS

شکست در آزمون استحکام چسبندگی می‌تواند از نوع شکست پیوستگی<sup>۱</sup> یا چسبندگی<sup>۲</sup> باشد. یک شکست چسبندگی زمانی اتفاق می‌افتد که تمامی پوشش از زیرلایه جدا گردد. یک شکست چسبندگی کامل به دلیل ناهمواری‌های سطح زیرلایه، به ندرت اتفاق می‌افتد. در این حالت شکست در نواحی نزدیک به فصل مشترک پوشش به زیرلایه اتفاق می‌افتد و در سطح شکست مناطق خالی از پوشش مشاهده می‌گردد. اگر شکست به‌طور کامل در پوشش اتفاق بیفتد یک شکست از نوع پیوستگی است. تنشی که در آن، پوشش دچار شکست می‌گردد، استحکام چسبندگی پوشش است [۵۲].

شکل ۹ تصاویر سطح شکست نمونه‌های C و CZS را در آزمون استحکام چسبندگی نشان می‌دهد. با توجه به اینکه

فرورونده ویکرز در سطح رویی پوشش‌ها و با اعمال نیروی ۱۰۰ کیلوگرم آورده شده است.

مطابق با مطالعات پیشین، چقرمگی ذاتی ذرات اکسید کروم، YSZ و کاربید سیلیسیوم به ترتیب برابر با ۴/۴- ۳/۹، ۷-۱۲ و ۲/۶-۴/۴ (MPam<sup>1/2</sup>) هستند. با توجه به اینکه تخلخل پوشش CZS بیشتر از پوشش C است، لذا افزایش چقرمگی پوشش CZS در مقایسه با پوشش C می‌تواند مربوط به افزودن ذره چقرمه تر YSZ به پوشش اکسید کروم و هم‌چنین تخلخل بیشتر در پوشش CZS باشد.

تاکنون چندین مؤلف در تحقیقات خود نشان داده‌اند که ذرات ذوب جزئی شده موجود در ساختار پوشش‌ها، به‌عنوان مانعی در جهت رشد و حرکت ترک‌ها عمل کرده و چقرمگی پوشش را افزایش می‌دهند [۶۲ و ۵۹]. لذا از دیگر دلایل چقرمگی بالاتر پوشش CZS در مقایسه با پوشش C می‌توان به میزان کمتر ذرات ذوب جزئی شده و مقادیر بالاتر سختی و تخلخل پوشش CZS نسبت به پوشش C نیز اشاره کرد.

البته میزان اختلاف چقرمگی دو پوشش C و CZS در حد زیادی نیست که شاید این اختلاف کم به دلیل تأثیر کاهنده ذرات کاربید سیلیسیوم با چقرمگی پایین در چقرمگی کامپوزیت باشد. هرچه اندازه ذرات کوچکتر شود، مقادیر تنش تسلیم در نرخ کرنش ثابت افزایش خواهد یافت. در ذرات کوچکتر به دلیل زیاد شدن تعداد ذرات، میزان تنش وارده بر هر ذره کمتر شده و در نتیجه شکست آنها سخت‌تر است. از طرف دیگر، چون ذرات سرامیکی ذاتاً ذرات سختی هستند، اثر استحکام‌دهی با کاهش اندازه ذرات، افزایش می‌یابد. پس جهت حصول استحکام بالا و چقرمگی شکست خوب، باید از ذرات با اندازه کوچکتر استفاده گردد [۶۳].

<sup>2</sup> Adhesive Failure

<sup>1</sup> Cohesive Failure

پوشش و یا جدایش پوشش از زیرلایه<sup>۱</sup> در مرز پوشش و زیرلایه رخ خواهد داد. لذا می توان نتیجه گرفت که چسبندگی زیرلایه و پوشش به طور عمده متأثر از تنش های پسماند ایجاد شده در فصل مشترک پوشش و زیرلایه است [۶۴]. در پوشش های تولید شده در این پژوهش نیز سعی گردید تا ضخامت پوشش ها در حد مطلوبی نگه داشته شود به گونه ای که مجموع تنش های پسماند از استحکام کششی پوشش بیشتر نگردد.

مطالعات پیشین نشان داده است که با توجه به چقرمگی بالاتر پوشش های نانو ساختار در فصل مشترک پوشش/زیرلایه، استحکام چسبندگی این پوشش ها نیز در مقایسه با چسبندگی پوشش های رایج به زیرلایه، بیشتر است که این امر نیز به دلیل استحکام بالای مناطق مترکم نانو ساختار در فصل مشترک است که مانع گسترش ترک در فصل مشترک می گردد [۵۹].

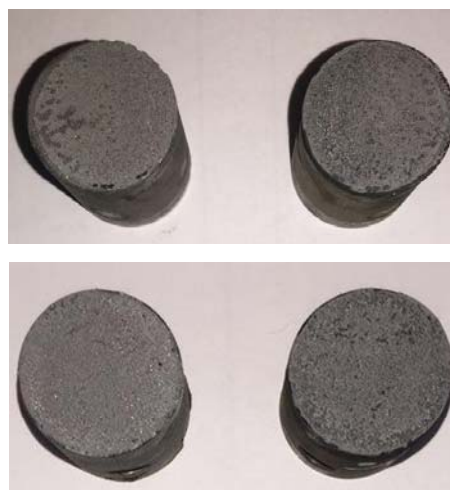
#### ۴- نتیجه گیری

نانوپودرهای  $YSZ$  و  $SiC$  از طریق پنج ساعت آسیاکاری در آسیاب سیاره ای با انرژی بالا تولید شدند. سپس پودرهای آگلومره با ترکیب  $Cr_2O_3$  خالص و همچنین با نسبت های حجمی  $Cr_2O_3-20YSZ-10SiC$  تهیه شدند و بر سطح زیرلایه فولادی ضدزنگ 304L از طریق پاشش پلاسمایی اتمسفری پوشش داده شدند. نتایج به دست آمده در پژوهش حاضر به شرح ذیل است:

- هیچ ناخالصی و یا واکنشی بین ذرات پودری اولیه در حین آسیاکاری و همچنین پاشش ذرات مخلوط پودری آگلومره وجود نداشت.
- مطالعات ریزساختاری نشان داد که پوشش ها دارای ۸-۱۲ درصد تخلخل هستند.
- نتایج آزمون چسبندگی نشان داد که پوشش پلاسمایی تولید شده استحکام چسبندگی مناسبی در محدوده ۴۹-۴۰ مگاپاسکال دارند.
- براساس نتایج آزمون چقرمگی شکست، اضافه کردن مقادیر  $YSZ$  و  $SiC$  به پوشش C، میانگین مقادیر چقرمگی پوشش را از ۷/۹ به ۸/۱  $(MPam^{1/2})$  افزایش داد.

شکست در فصل مشترک پوشش- زیرلایه رخ داد، لذا استحکام به دست آمده، استحکام چسبندگی پوشش های تولیدی است.

نتایج آزمون استحکام چسبندگی بر روی هر دو ترکیب مطابق با جدول ۴ به دست آمده است. با توجه به اینکه شکست در فصل مشترک پوشش/ زیرلایه رخ داد، لذا استحکام حاصل استحکام چسبندگی پوشش های تولیدی است. اعداد استحکام به دست آمده نشان داده اند که پوشش های پلاسمایی ایجاد شده دارای استحکام چسبندگی بسیار بالایی هستند. همان طور که مشاهده می شود میانگین استحکام چسبندگی پوشش های C و CZS به ترتیب برابر با ۴۹ و ۴۰ مگاپاسکال هستند. استحکام چسبندگی بالاتر پوشش های C را می توان به نقطه ذوب پایین تر اکسید کروم و تخلخل کمتر پوشش در مقایسه با پوشش دیگر نسبت داد.



شکل ۹. تصاویر سطح مقطع شکست نمونه ها در آزمون استحکام چسبندگی: الف) C ب) CZ

جدول ۴. استحکام چسبندگی (مگاپاسکال) پوشش های C و CZS

کد پوشش	آزمون ۱	آزمون ۲	آزمون ۳	آزمون ۴	میانگین
C	۵۳	۴۸.۵	۴۵	۵۰	۴۹±۴
CZS	۴۱	۴۵	۳۵	۳۹	۴۰±۵

تفاوت در ضریب های انبساط حرارتی پوشش و زیرلایه موجب ایجاد تنش های پسماند در حین پوشش دهی و همچنین بارگذاری ها خواهد شد. زمانی که مقادیر تنش های پسماند از میزان استحکام کششی پوشش بالاتر روند، ایجاد ترک و شکست

<sup>1</sup> Delamination Effect

15. S. and Toplan, "Tribological behavior of a plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$  coating", *Mater. Tehnol.* 47 (2013) 181–184.
16. M.S. and J. Iwaszko, "Laser Remelting Treatment of Plasma-Sprayed  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  Oxide Coatings", *Arch. Metall. Mater.* 57 (2012) 215–221.
17. J.H.O. and S. Sasaki, "Effects of Different Additives on Microstructure and High-temperature Tribological Properties of Plasma-sprayed  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  Ceramic Coatings", *wear.* 249 (2001) 56–66.
18. J.K. and Z.P. P. Ctibor, I. Pis, "Microstructure and Properties of Plasma-Sprayed Mixture of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$ ", *Therm. Spray Technol.* 22 (2013) 1163–1169.
19. H.S.A. and K.A.K. Magdy M. El Rayes, "Review paper: Erosion - Corrosion of Cermet Coating", *J. Electrochem. Sci.* 8 (2013) 1117–1137.
20. Leon L. Mishnaevsky Jr., "Three-dimensional numerical testing of microstructures of particle reinforced composites", *Acta Mater.* 52 (2004) 4177–4188.
21. F.D. and I.S. Brian Cantor, "Metal and Ceramic Matrix Composites", 1st ed., CRC Press, 2003.
22. D.T. and F.N. L. Plazanet, "Effect of SiC and  $\text{ZrO}_2$  Particles on The Mechanical Properties of NiAl", *Compos. Sci. Technol.* 59 (1999) 537–542.
23. Y.H. and H.Z. Jia Lin, "Damage Resistance, R-curve Behavior and Toughening Mechanisms of  $\text{ZrB}_2$ -based Composites with SiC Whiskers and  $\text{ZrO}_2$  Fibers", *Ceram. Int.* 41 (2015) 2690–2698.
24. Y. and H. Lei Chen, "Effect of SiC content on Mechanical Properties and Thermal Shock Resistance of BN– $\text{ZrO}_2$ –SiC Composites", *Mater. Sci. Eng.* 590 (2014) 346–351.
25. M.S.P. and H.P.R. N. Krishnamurthy, "A Study of Parameters Affecting Wear Resistance of Alumina and Yttria Stabilized Zirconia Composite Coatings on Al-6061 Substrate", *Int. Sch. Res. Not.* 2012 (2012) 13.
26. J.L. and C.M. J.O. Berghaus, "Mechanical and Thermal Transport Properties of Suspension Thermal-Sprayed Alumina-Zirconia Composite Coatings", *Therm. Spray Technol.* 17 (2008) 91–104.
27. N.P.P. and P.G.K. K. W. Schlichting, "Thermal Conductivity of Dense and Porous Yttria-Stabilized Zirconia", *Mater. Sci.* 36 (2001) 3003–3010.
28. H.M. Kandil, Elastic Behavior of Single Crystals of Yttria-Stabilized Zirconia, PhD Thesis, Iowa State University, 1983.
29. Y. Takano, T. Komeda and M. Yoshinaka, "Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties of  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-2.5Y}$  Composite Ceramics in the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ -Rich Region", *J. Am. Ceram. Soc.*, 81 [9] 2497–500 (1998)
30. R.H.L. Garcia, V. Ussui, N.B. de Lima, "Physical properties of alumina yttria-stabilized zirconia composites with improved microstructure", *J. Alloys and Compounds* 486 (2009) 747–753.
31. G.A. Gogotsi, "Fracture Toughness of Ceramics and Ceramic Composites", *Ceramics International* 29 (2003) 777–784
32. M. Kutz, "Handbook of materials selection" page 424, 2002 John Wiley & Sons, Inc., New York
- با ایجاد کامپوزیت CZS، میانگین مقادیر سختی پوشش از ۸۲۳ ویکرز مربوط به پوشش C به ۹۱۰ ویکرز در پوشش CZS افزایش یافت.
- سپاسگزاری**
- نویسندگان پژوهش حاضر بر خود لازم می‌دانند از سرپرستان آزمایشگاه‌های خواص مکانیکی، متالوگرافی و SEM دانشگاه صنعتی امیرکبیر و هم‌چنین مسئولین کارگاه پاشش حرارتی دانشگاه صنعتی مالک اشتر تشکر نمایند.
- مراجع**
1. A. Vardelle, C. Moreau, N.J. Themelis, "a Perspective on Plasma Spray Technology", *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 35 (2015), 491–509.
  2. V.C. and L.L. Giovanni Bolelli, "Wear behaviour of thermally sprayed ceramic oxide coatings", *wear.* 261 (2006) 1298–1315.
  3. G.E.K. and M. Brochu, "Anti-Abrasive Nanocoatings Current and future applications", chapter 19, Woodhead Publishing in Materials, 2015.
  4. E.F. Wank, B. Wielage and G. Reisel, T. Grund, "Performance of Thermal Spray Coating under Dry Abrasive Wear Conditions", *4th Int. Conf. Coatings.* (2011).
  5. G.B. and P.F. A. Cellard, V. Garnier, G. Fantozzi, "Wear Resistance of Chromium Oxide Nanostructured Coatings", *Ceram. Int.* 35 (2009) 913–916.
  6. B.B. and K. Balani, "Advanced Structural Ceramics", 1st ed., Wiley-American Ceramic Society, 2011.
  7. B. and I. Manna, "Ceramic Nanocomposites", Woodhead Publishing, 2013.
  8. E.I. C. Suryanarayana, T. Klassen, "Synthesis of nanocomposites and amorphous alloys by mechanical alloying", *Mater. Sci.* 46 (2011) 6301–6315.
  9. R.B. and H.G. J. Karch, "Ceramics ductile at low temperature", *Science* 330 (1987) 556–558.
  10. A. Vardelle, "the 2016 Plasma Roadmap: Low temperature plasma science and technology", *Therm. Spray Technol.* 25 (2016) 1376–1440.
  11. A.K.S. and H.R. D. Ghosh, "Nano Structured Plasma Spray Coating for Wear and High Temperature Corrosion Resistance Applications", *Inst. Eng.* 95 (2014) 57–64.
  12. P.D. and P. Chawla Vikas, Sidhu Buta Singh, S., "Performance of Plasma Sprayed Nanostructured and Conventional Coatings", *F Aust. Ceram. Soc.* 44 (2008) 56–62.
  13. I. Adamovich, "the 2017 Plasma Roadmap: Low temperature plasma science and technology", *Phys. D Appl. Phys.* 50 (2017) 1–46.
  14. E.H.J. and Y.H.S. M. Gell a, "Development and implementation of plasma sprayed nanostructured ceramic coatings", *Surf. Coatings Technol.* 146 (2001) 48–54.

- Components", 1st ed., Wiley-VCH Verlag GmbH, 2007.
52. A.W. Society, "Thermal Spraying; Practice Theory, and Application", *American Welding Society*, 1985.
  53. C.P.B. and J. Vicenzi, "Protection against Erosive Wear using Thermal Sprayed Cermet: A Review", Springer, 2011.
  54. N.B.D. and S. Nayak, "Nanocoatings for Engine Application", *Surf. Coatings Technol.* 194 (2005) 58–67.
  55. S.R. and M.J.H. K. Strecker, "Fracture Toughness Measurements of LPS-SiC: a comparison of the Indentation Technique and the SEVNB Method", *Mater. Res.* 8 (2005) 121–124.
  56. A.M. and M.B. Aleksandra Nastic, "Instrumented and Vickers Indentation for the Characterization of Stiffness, Hardness and Toughness of Zirconia Toughened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiC Armor", *Mater. Sci. Technol.* 31 (2015) 773–783.
  57. G.E. Dieter, "Mechanical metallurgy", 2nd ed., McGraw-Hill Inc., 1976.
  58. J.R. Hirsch, H. H. and Rairden, Flame Spray Oxidation and Corrosion Resistant Super Alloys, Patent US4101713, 1978.
  59. R.S.L. and B.R. Marple, "Thermal Spray Coatings Engineered from Nanostructured Ceramic Agglomerated Powders for Structural, Thermal Barrier and Biomedical Applications: A Review", *Therm. Spray Technol.* 16 (2007) 40–63.
  60. B.S. and B.H. Shujuan Dong, "Microstructure and Properties of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coating Deposited by Plasma Spraying and Dry-ice Blasting", *Surf. Coatings Technol.* 225 (2013) 58–65.
  61. V.D. and Zhang, J., "Evaluation of Thickness, Porosity and Pore Shape of Plasma Sprayed TBC by Electrochemical Impedance Spectroscopy", *Surf. Coatings Technol.* 190 (2005) 98–109.
  62. A.S. and R.J. Vinay Pratap Singh, "Wear of Plasma Sprayed Conventional and Nanostructured Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Based Coatings", *Trans. Indian Inst. Met.* 65 (2012) 1–12.
  63. J.L. and J.W. D.L. Zhang, "Processing Ti<sub>3</sub>Al-SiC Nanocomposites using High Energy Mechanical Milling", *Mater. Sci. Eng.* 375–377 (2004) 911–916.
  64. Michael Buchmann and Rainer Gadow, "Thermally Sprayed Coatings for Engine Applications", 2012.
  33. G.A. Gogotsi, "Fracture Toughness Studies on V-Notched Ceramic Specimens, Strength of Materials", Vol. 32, No. 1, 2000.
  34. R.G. Munro, "Material Properties of a Sintered  $\alpha$ -SiC", *Phys. Chem. Ref. Data.* 26 (2009) 1195.
  35. P.M. Sousa, A.J. Silvestre, O. Conde, "Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin Films Grown at Room Temperature by Low Pressure Laser Chemical Vapour Deposition", *Thin Solid Films* 519 (2011) 3653–3657.
  36. E.M. García, "Optimizing the Sintering of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Nano Powders for HVOF Applications", *Carlos III de Madrid*, 2012.
  37. F. Shackelford, William Alexander, "CRC Materials Science and Engineering Handbook", page 1674, 2001 CRC Press LLC.
  38. M. Faryna, L. Litynska, K. Haberkowicz, "Particulate Composites of TZP-Chromium Oxide and TZP-Chromium Carbide; Microbeam Investigations", *Microchim. Acta*, 15, 83-86 (1998).
  39. D.W. Richerson, "Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use in Design", Third Edition, 3rd ed., CRC Press, 2012.
  40. N.B. and K.S.R. S.T. Aruna, "Phase Transformation and Wear Studies of Plasma Sprayed Yttria Stabilized Zirconia Coatings Containing Various Mol% of Yttria", *Mater. Charact.* 62 (2011) 697–705.
  41. H.L. AN Khan, J Lu, "Heat Treatment of Thermal Barrier Coatings", *Mater. Sci. Eng.* 359 (2003) 129–136.
  42. R.N. Chan, "Fracture Properties of Yttria-Stabilized Zirconia (YSZ) Thin-Film Modified Constructs", ProQuest Dissertations, 2013.
  43. A.J.G.L. and S.Y. O. Roberts, "A Study of Phase Transformation at The Surface of a Zirconia Ceramic", in: *Proc. World Congr. Eng. 2014* Vol II, 2014.
  44. N.Z. and M.A. Zaem, "Competing Mechanisms between Dislocation and Phase Transformation in Plastic Deformation of Single Crystalline Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Nanopillars", *Acta Mater.* 120 (2016) 337–347.
  45. V.S. and W.S. G. Witz, "Phase Evolution in Yttria-Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Studied by Rietveld Refinement of X-Ray Powder Diffraction Patterns", *Am. Ceram. Soc.* 90 (2007) 2935–2940.
  46. J.J. Swab, "Role of Oxide Additives in Stabilizing Zirconia for Coating Applications", PN Publisher, 2001.
  47. R.F. Bunshah, "Handbook of Hard Coatings: Deposition Technologies, Properties and Applications", 1st ed., William Andrew, 2000.
  48. H. Ghayour, M. Abdellahi, M. Bahmanpour, "Optimization of the high Energy Ball-milling: Modeling and Parametric Study", *Powder Technology* 291 (2016) 7–13.
  49. J.R. Davis, "Handbook of Thermal Spray Technology", ASM International, 2004.
  50. H.S. and V.C. Manoj Kumar Singla, "Thermal Sprayed CNT Reinforced Nanocomposite Coatings – A Review", *Miner. Mater. Charact. Eng.* 10 (2011) 717–726.
  51. S.S. and A.Z. V. Belashchenko, M. Dratwinski, "Thermal Spraying for Power Generation