ماەنامە علمى پژوھشى

مهندسی ساخت و تولید ایران www.smeir.org



تولید بالک نانوساختار نقره در قالب گرافیتی و اینکونلی با فرایند تفجوشی جرقه پلاسمایی

پیمان فلک¹، ایمان ابراهیمزاده^{2*}

۱- دانشآموخته کارشناسی ارشد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجفآباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجفآباد، ایران 2- استادیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجفآباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجفآباد، ایران

* نجفآباد، كد پستى 8514143131 ، i.ebrahimzadeh@pmt.iaun.ac.ir ،

اطلاعات مقاله	چکیدہ
مقاله پژوهشی کامل	روش تفجوشی جرقه پلاسمایی به عنوان روشی کارآمد در تولید مواد نانوساختار فلزی مطرح است. در این فرایند عموماً از قالب گرافیتی
دریافت: 30 آبان 1398	استفاده میگردد. محدودیت استفاده از قالب گرافیتی حداکثر فشار قابل اعمال 100MPa در فرایند است. در این تحقیق اثر نوع قالب
داوری اولیه 19 آذر	(قالب گرافیتی با فشار 40MPa و قالب اینکونل با فشار 250MPa) بر ریزساختار و خواص نقره نانوساختار در فرایند تفجوشی جرقه
پذیرش: 21 دی 1398	پلاسمایی مورد ارزیابی قرار گرفته است. پودر اولیه با استفاده از دو قالب و فشار متفاوت به قطعات بالک نانوساختار نقره تبریل گردید.
کلیدواژگان:	تغییرات اندازه کریستالیت پودر و بالکها، درصد نابجاییها و کرنش شبکه قطعات نانوساختار نقره با استفاده از نتایج پراش پرتو ایکس
نقره نانوساختار	محاسبه گردند. همچنین ریزساختار و ریزسختی نمونهها به ترتیب با استفاده از FESEM و ریزسختی سنجی بررسی شد. در انتها رفتار
تفجوشی جرقه پلاسمایی	تغییرشگل گرم نمونه بهیند در دمای بالا مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشانگر افزایش اندازه کریستالیت به میزان 6 درصد در نمونه تهیه
قالب گرافیتی	شده با قالب گرافیتی و فشار 40MPa و کاهش اندازه کریستالیت به میزان 53 درصد در نمونه تهیه شده در قالب اینکونل با فشار
قالب اینکونا .	250MPa است تنبید در نام قالب هفتار امال این میداند. به داند ته نیزندمام بالکرندان ته با بوخت نیزنده در شاما قال
	اینکونلی افزایش 40 درصدی نسبت به نمونه تهیه شده در قالب گرافیتی نشان میدهد. نتایج آزمون فشار روی نمونه بهینه در دمای بالا نشانگ رفتا. سود بلاستیک این آلیا: نانوساختا. است.

Production of Nanostructured Silver in Graphite and Inconel dies by Spark plasma sintering

Peyman Falak, Iman Ebrahimzadeh^{*}

Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran * P.O.B. 8514143131 Najafabad, Iran, i.ebrahimzadeh@pmt.iaun.ac.ir Article Information Abstract

Original Research Paper Received 21 November 2019 First Decision: 10 December 2019

First Decision: 10 December 2019 Accepted 11 January 2020 Keywords:

Nanostructured silver Spark plasma sintering Graphite die Inconel die Plasma spark sintering is an effective method for producing nanostructured metal materials. In this process, a graphite die is usually used. The limitation of graphite die is using this die at higher pressure of 100 MPa. In this research, the simultaneous effect of the pressure and type of die (graphite die with a pressure of 40 MPa and Inconel die with a pressure of 250 MPa) on the microstructure and the properties of nanostructured silver in the spark plasma sintering process were evaluated. The first nanostructured powder with a 47nm crystallite was transformed into two nanoscale silver pieces using two different dies and pressures. Changes in the crystallite size of the powder and the bulks, the percentage of dislocations and the strain of the nanostructured silver bulks were calculated using the X-ray diffraction results. Microstructure and micro hardness of samples were also investigated using FESEM and micro hardness tests, respectively. The results indicate that the increase in crystallite size of a sample prepared in an Inconel die with a graphite die and 40 MPa pressure and reduce 53% in a crystallite size of a sample pressure has no effect on the density of the bulk samples, but the hardness of the sample in the case of Inconel die conditions is increased by 40% compared to the sample prepared in graphite die. High temperature pressure tests show superplasticity behavior nanostructure silver at high temperature.

1– مقدمه

به جای فشار گرم، اکستروژن با درجه حرارت بالا و فشار ایزواستاتیک گرم شود [1]. از آنجایی که زمان زیاد تفجوشی در فرایندهای مطرح شده، در دماهای تبلورمجدد آلیاژها و بالاتر از آن اغلب باعث رشد دانه می شود، از این رو تکنیک جدید فراوری قطعات بالک نانوساختار، یعنی تفجوشی جرقه پلاسمایی (SPS)، در دهه اخیر تکامل یافته است، که با استفاده

نیاز روزافزون برای تولید و فراوری مواد بالک نانوساختار و تثبیت پودر نانوساختار یا نانوذره اولیه در تولید قطعات نانوساختار، هنوز یک چالش است. اگر چه تولید مواد جدید نانوساختار عموماً در مقیاس آزمایشگاهی محدود شده است اما تقاضای شدید در بازار، باعث شده تا توجه جدی به تکنیکهای تفجوشی جدید

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

P. Falak, I. Ebrahimzadeh, Production of Nanostructured Silver in Graphite and Inconel dies by Spark plasma sintering, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 7, No. 6, pp. 1-7, 2020 (in Persian)

از حرارتدهی سریع تا رسیدن به دمای تفجوشی، منجر به تفجوشی سریع پودرهای نانوساختار میشود [2، 3]. تفجوشی با این روش را می توان در طیف گستردهای از درجه حرارت و فشار، با کنترل دما و یا جریان در طول پردازش انجام داد [2، 8-4]. در این فرایند قالب و پانچها معمولاً از جنس گرافیت با دانسيته بالا كه قابليت هدايت الكتريكي دارد ساخته مي شوند. استفاده از گرافیت برای ساخت قالب و پانچ، فشار خارجی را تا حداکثر مقدار 100MPa محدود می کند چرا که در فشارهای بالا قالب گرافیتی دچار شکست میشود (شکل 1) [1، 9]. این موضوع باعث محدودیت در اعمال فشار در اثر شرایط تولید با SPS گردیده است. همچنین از جمله معایب گزارش شده برای قالبهای گرافیتی نفوذ کربن به نمونه و واکنش ناخواسته آن با تنگستن، آهن و یا مولیبدن بوده است [10]. برای فلزات با نقطه ذوب پایین مخصوصاً فلزات خالص که دمای لازم برای فرایند تفجوشی آنها حداکثر 600 درجه سانتیگراد است، امکان استفاده از قالبهای یا فلزی مانند فولاد، کاربید تنگستن و اينكونلي وجود دارد [3، 11-15]. با استفاده از قالبهاي فلزي مخصوصاً اينكونلي بجاي قالب گرافيتي، امكان افزايش فشار اعمالی در حین فرایند تفجوشی وجود دارد. بررسی تحقیقات صورت گرفته در شرایط استفاده از قالبهای فلزی عموماً فشار اعمالی به حدود MPa تا 350MPa رسیده که این امر در قالب گرافیتی امکان پذیر نیست. در این شرایط محدودیت فشار در فرایند SPS برداشته می شود. در این تحقیق بالک نانوساختار نقره خالص که کاربرد ویژهای در زمینههای نظامی، بایومتریال و فوتوکاتالیستی دارد، با استفاده از قالب گرافیتی (با فشار 40 MPa) و قالب اینکونل (با فشار 250MPa) تهیه گردید و خواص آنها مورد بررسی قرار گرفته است. در انتها با توجه به کاربرد نانوساختار نقره در دما و نرخ کرنش بالا، آزمونهای تغییر شکل گرم به منظور بررسی رفتار تنش کرنش این ماده روی نمونه بهینه انجام گرفت.

2- روش تحقيق

پودر نقره نانوساختار با خلوص 99/9% از شرکت پوریان خریداری شده که از روش الکترولس تولید و به عنوان مواد اولیه در این تحقیق استفاده گردید. دو بالک نقره از روش تفجوشی جرقه پلاسمایی در دمای نهایی 500 درجه سانتی گراد، در خلاء جرقه پلاسمایی در محفظه از جنس فولاد زنگ نزن با ابعاد 0/05 میلیبار در محفظه از جنس فولاد زنگ نزن با ابعاد 45×45×40 سانتیمتر و زمان نگهداری 5 دقیقه با فشار 40MPa در قالب گرافیتی و با فشار 250MPa در قالب اینکونلی

تهيه گرديده است (شکل 1).

اینکونلی د) قالب گرافیتی.



 Fig. 1 A. SPS Device, B. Fractured graphite die, C. Inconel Die and D. Graphite Die.

 Graphite Die.

 شكل 1 تصاوير الف) دستگاه SPS ب) شكسته شدن قالب گرافيتی ج) قالب

دانسیته قطعات ساخته شده از رابطه ارشمیدسی محاسبه شده است. برای آنالیز فازی از دستگاه (Asenware AW-DX300) با است. برای آنالیز فازی از دستگاه (Asenware AW-DX300 با XRD با استفاده از تابش CuKa با طول موج XP595 آنگستروم و اندازه گام 20/05 در هر 2 ثانیه، در هر مرحله از SPS استفاده شده است. به منظور بررسی دقیق نمونههای نقره از دادههای XRD برای محاسبات اندازه کریستالیت، کرنش شبکه و دادههای XRD برای محاسبات اندازه کریستالیت، کرنش شبکه و تجمع نابجاییها استفاده و محاسبات پراش پرتو ایکس از زاویه محاسبه تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه از روابط ویلیامسون-مهال و شرر استفاده گردید [16]. بر اساس مقادیر اندازه کریستالیت و کرنش شبکه بدست آمده از روش ویلیامسون-هال، دانسیته نابجاییها توسط روابط (1) تا (3) قابل محاسبه است

$$a = (a_0 \times a_0)^{1/2}$$
(1)

$$\rho = (\rho_D \times \rho_S)^{-2} \tag{2}$$

$$\rho_D = \frac{\sigma}{D^2}$$

$$\rho_S = \frac{K\langle \varepsilon^2 \rangle}{D^2} \tag{3}$$

در جایی که ρ_D دانسیته نابجایی ها به دلیل اندازه دامنه ها و ρ_s دانسیته نابجایی ها ناشی از پهن شدگی در اثر کرنش است. در این روابط D اندازه کریستالیت ها، \mathcal{F} میکرو کرنش شبکه، K = 6b و 114/928، 110/501، 97/891، 110/501، 114/928 و 114/928، 110/501، 114/928 و 134/890 درجه میباشند، مربوط به نقره خالص هستند و هیچگونه فاز اضافی در نتایج XRD دیده نمی شود. اندازه میچگونه فاز اضافی در محاسبه شده که 47 نانومتر بدست آمده است. تصاویر FESEM گرفته شده از پودرها در شکل 2- ب، نشاندهنده کروی بودن ذرات است. اندازه ذرات در این تصویر حدود 2 میکرون میباشد. با مقایسه اندازه ذرات در تصویر نشانگر نانوساختار بودن پودر اولیه است.

3-2- بررسی و مقایسه الگوهای پراش اشعه ایکس نمونههای ساخته شده به روش SPS

شکل 3، الگوهای پرتو اشعه ایکس پودر و بالکهای ساخته شده با فشار MPa 40 در قالب گرافیتی و 250MPa در قالب اینکونلی را نشان میدهد. نتایج نشان میدهد بعد از فرایند تفجوشی هیچ نوع فاز جدیدی اضافه نشده است.

با نگاهی دقیق تر بر الگوهای پر تو اشعه ایکس نشان داده شده در شکل 3 می توان تغییرات در شدت پیکهای سه حالت را مشاهده کرد. برای بررسی بیشتر، پیک مشخصه نقره واقع در دو تتای °38/117 را در پودر و بالکهای ساخته شده در قالب فلزی و اینکونلی بررسی کرده که در شکل 4- الف نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود در فشار 40MPa در طی فرایند تف جوشی و بالا رفتن دما شدت پیک افزایش پیدا کرده است که نشان دهنده رشد کریستالیتها در این فشار و دما می باشند.



Fig. 3 XRD patterns bulk silvier in 40 MPA and 250 MPa. شکل **3** الگوهای XRD پودر، بالک ساخته شده با فشار 40MPa در قالب گرافیتی و بالک تهیه شده با فشار 250MPa در قالب فلزی.

نمونهها از دستگاه (Micromet-Buehler) در مقیاس ویکرز با نیروی 0/5Kg و زمان بارگذاری 15s و متوسط 4 بار اندازگیری استفاده شده است. از میکروسکوپ روبشی نشر میدانی (VEGA//TESCAN Mira 3-XMU) با مد (SE) برای بررسی ریزساختار، مورفولوژی و توزیع و اندازه ذرات استفاده شده است. همچنین برای آزمون فشار در دمای محیط و فشار داغ از مونه با قطر 5/5 و ارتفاع 25/8 میلیمتر استفاده شده که دماهای آزمون فشار داغ 180، 270، 360 و 450 و نرخ کرنش ثابت ¹⁻¹ 0/001 انتخاب شده است. علت انتخاب این دماها بررسی رفتار نقره نانوساختار بهینه در محدود دمای کاری در نرخ کرنش متفاوت است.

3- نتايج و بحث

3-1- بررسى پودر نانوساختار اوليه

پودرهای اولیه که با روش شیمیایی تهیه شده و با آنالیز XRD مورد بررسی قرار گرفته در شکل 2- الف نشان داده شده است.



 Fig. 2 A.X-ray diffraction pattern of initial silver powder, B. FESEM image of initial powder.

 FESEM شكل 2 الف) الكوى اشعه ايكس پودر نقره خالص اوليه ب) تصوير [يودر اوليه.

پیکهایی که در زوایای 38/117، 44/279، 64/428،



اينكونلى 22 نانومتر بدست آمده است.

در تحقیقهای گذشته وجود تغییر شکل پلاستیک در مراحل اولیه تفجوشی به روش جرقه پلاسمایی بررسی شده است [21]. راچمن در سال 2006 اثر فشار در مواد سرامیکی را مورد بررسی قرار داده و نشان داده هنگامی که فشار اعمال شده از تنش تسلیم ذرات در یک دمای ثابت فراتر رود، تراکم یافتن از طریق تغییر شکل پلاستیک ادامه مییابد [22]. تنش تسلیم نقره نانوساختار در دمای حدود 2°500 تا مقدار تقریبی 34MPa کاهش مییابد [23] در صورتی که فشار اعمالی در تحقیق حاضر 250MPa میباشد. بنابراین با عبور از تنش تسلیم، تراکم-حاضر یا تغییر شکل پلاستیک و در نتیجه افزایش دانسیته نابجایها همراه شده است که باعث تشکیل مرزهای فرعی نیز گردیده است.

جدول 1 اندازه کریستالیت، کرنش شبکه و دانسیته نابجایی قطعات ساخته شده در فشارهای 40MPa و 250MPa را نشان میدهد. همانطور که در جدول 1 مشخص است تعداد نابجایی در قطعه ساخته شده با فشار 250MPa محاسبه شده از نتایج XRD به مقدار قابل ملاحظهای بیشتر از قطعه ساخته شده با فشار 40MPa شده است و افزایش این نابجاییها، تشکیل شدن مرزهای فرعی بههمراه داشته است. باید توجه نمود که انرژی نقص در چیده شدن نقره پایین است (حدود ²0mj/m²). این موضوع باعث به تأخیر افتادن بازیابی و تبلورمجدد دینامیکی می گردد و امکان این پدیدهها در دماهای بالاتر فراهم می گردد [20].

جدول 1 اندازه، کریستالیت، کرنش شبکه و دانسیته نابجایی قطعه ساخته شده با فشار 40MPa و 400MPa

 Table 1 Crystallite size, lattice strain and Disloaction Density of SPSed sample at 40 MPa and 250 MPa

D (nm)	ε (nm)	ρ (m ⁻²)	نمونهها
47			پودر اوليه
22	0/0035	4/2 _{E+} 15	قالب اینکونل در فشار 250MPa
50	0/0031	1/E+15	قالب گرافیتی در فشار 40MPa

3-3- بررسی خواص و مقایسه با تحقیقات مشابه

نتایج حاصل از ریزسختی سنجی ویکرز در جدول 2 آورده شده است. سختی بالک ساخته شده در قالب اینکونلی برابر 143H و برای بالک ساخته شده در قالب فلزی برابر 102Hv می باشد. با توجه به مطالعات کین و همکارنش رابطه غیر مستقیم بین اندازه دانه و سختی در اندازه دانه های کمتر از 80 نانومتر برای فلز نقره مشاهده می شود که نتایج تحقیق حاضر از فرمول

Fig. 4 a.The main peak of silver powder, and Bulk produced with 40 MPa and 250 MPa, b. Wiliamson-Hall for Bulk produced with 40 MPa and 250 MPa.

شکل 4 نمودار الف) پیک مشخصه نقره مربوط به پودر نقره و بالکهای ساخته شده با فشار 40MPa و 250MPa و 250MPa ب) ویلیامسون-هال برای قطعات ساخته با فشار 40 و 250 مگاپاسکال.

قرارگیری نقره در دمای 500 درجه سانتی گراد و در فشار 40MPa، و با توجه به اینکه در این دما تغییرشکل پلاستیک زیادی رخ نمی دهد، رشد دانه رخ داده و باعث افزایش اندازه کریستالیت به میزان 6 درصد شده است. در فشار 250 MPa با طی فرایند تفجوشی و افزایش فشار شدت پیکها کاهش داشته است که نشاندهنده کاهش اندازه کریستالیتها و یا افزایش کرنش شبکه است. کاهش اندازه کریستالیتها در اینجا می تواند ناشی از فشار بالا و تغییر شکل پلاستیک ذرات باشد که باعث بالا رفتن دانسیته نابجاییها و در نتیجه ایجاد مرزهای فرعی در دمای بالا در ساختار گردد. با توجه به پایین بودن انرژی نقص در چیده شدن نقره (20mjm⁻²) و این که احتمال تبلور مجدد دینامیک در این فلز محدود است، احتمال تشکیل مرز فرعی در دمای بالاتر و در شرایط تغییر شکل پلاستیک و با توجه به ذخیره انرژی ناشی از تغییر شک پلاستیک افزایش مییابد [19، 20]. بنابراین برای محاسبه اندازه کریستالها از رابطه ویلیامسون-هال که نمودار آن برای هر دو نمونه بالک در شکل 4- ب نشان داده شده است. اندازه کریستال برای فشار 40MPa در قالب گرافیتی 50 نانومتر و برای فشار 250MPa در قالب

ارائه شده در تحقیق کین و همکارانش $(H_v = H_0 + Kd^{-(1/2)})$ تبعیت می کند [24]. برای یافتن دانسیته نیز از رابطه ارشمیدس استفاده شده است که دانسیته برای بالک با فشار 40MPa در قالب گرافیتی برابر با 93% و برای بالک با فشار 250MPa برابر با 93/5% نسبت به دانسیته تئوری است. جدول 2 مقایسه بین نتايج از تحقيق حاضر با تحقيقات مشابه كه روى توليد بالك نانوساختار از روش SPS صورت گرفته نشان داده شده است. مطابق این جدول در تحقیقات گذشته از پودر نانوذره جهت تولید بالک نانوساختار استفاده گردیده است که در این تحقیق (تولید بالک نانوساختار نقره از پودر نانوساختار با ابعاد میکرونی) نوآوری تحقیق نسبت به تحقیقات مشابه است. در اکثر موارد از قالب گرافیتی استفاده گردیده است که حداکثر فشار اعمالی 80MPa است. البته در تحقيق صورت گرفته توسط مارک و همكارانش و تحقيق فو و همكارانش [25، 26] در ابتدا قبل از عملیات SPS در قالب فلزی پودرها با فشار سرد فشرده شدهاند. مقدار سختی حاصل شده در فرایند SPS در قالب فلزی در تحقیق حاضر 143Hv اندازهگیری شده که در مقایسه با تحقيقات ارائه شده در جدول 2 اين ميزان، مقدار قابل قبولي است. حداکثر سختی که تاکنون از نقره بالک نانوساختار به روش SPS گزارش شده 155Hv است. با مقایسه بین اندازه کریستالها در تحقیق کنونی و تحقیق مارک و همکارانش [26] به نظر میرسد که بین نتایج سختی و اندازه کریستالیتها تناقض وجود دارد. در تحقیق مارک و همکارانش با اندازه کریستالیت 50nm سختی به 155Hv رسیده در صورتی که در تحقيق حاضر با اندازه كريستاليت 22nm سختى به 143Hv رسیده است. علت این اختلاف را می توان در اختلاف دانسیته در 13×10³

این نمونه ها نسبت داد. در تحقیق مارک و همکارانش دانسیته محصول به دلیل فشار سرد اولیه به 99% درصد رسیده است در صورتی که در این تحقیق دانسیته کمتری حاصل گردیده است. وجود حفرات بیشتر در نمونه های ساخته شده امکان سیلان ماده در حین انجام آزمون سختی سنجی را بهبود و اثر بخشی را بیشتر کرده است [27]. مطابق مرجع [28] سختی بالاتر از بیشتر کرده این [27]. مطابق مرجع دا29] سختی بالاتر از می گردد که این موضوع نشانگر دلیلی بر صحت داده های حاصل از این تحقیق و رسیدن به ساختار نانو در فلز نقره می باشد.

3-4- بررسی ریزساختار بالک نانوساختار نقره

همان طور که از شکل 5- الف و ب مشخص است، میانگین اندازه ذرات در تصاویر FESEM در قطعه ساخته شده با فشار 40MPa (حدود 100nm) بزرگتر از قطعه ساخته شده با فشار 250MPa (حدود 300nm) است.

با توجه به افزایش فشار امکان رشد ذرات در شرایط تنش بیشتر فراهم نگردیده است. با استفاده از نرمافزار ز-Image مساحت سطح حفرات و اندازه ذرات اندازه گیری شده که نتایج در جدول 3 نشان داده شده است. سطح حفرات در هر دو قطعه تقریباً یکسان میباشد (شکل 5- ج، د). حفرات موجود در قطعه تفجوشی شده با فشار 40MPa سبتاً بزرگتر میباشند اما در قطعه ساخته شده با فشار 250MPa حفرات دارای اندازه کوچکتر هستند که به صورت یکنواخت در کل نمونه توزیع شده است. با توجه به مطالعات گذشته، ذرات و حفرات با اندازه بزرگتر باعث کاهش سختی سطح میشوند [27، 29]، که این موضوع با سختی سنجی در این تحقیق مطابقت دارد.

جدول 2 مقايسه بين نتايج از تحقيق حاضر با تحقيقات مشابه كه روى توليد بالك نانوساختار كه با روش SPS صورت گرفته Table 2 Comparison between current research and similar papers for producing nanostructured silver by SPS.

پودر قبل از SPS	جنس قالب SPS	اندازه کریستالیت (nm)	ریزسختی (HV)	دانسيته %	فشار اعمالی در (MPa) SPS	دما (°C)	زمان نگهداری Min	مراجع
نانو ساختار	گرافیتی	50	102	93	40	500	5	تحقيق حاضر
نانو ساختار	اينكونلى	22	143	93/5	250	500	5	تحقيق حاضر
نانو ذره	فولادى	45/5	85	97/2	300	500	5	[3]
نانو ذره	گرافیتی	50	155	99	80 (پرس سرد 280MPa)	500	5	[23]
ميكرو ذره	گرافیتی	13×10 ³	42	95	80 (پرس سرد 280MPa)	500	5	[23]
نقره ريختگي	-	60×10 ³	32	95	-	-	-	[23]
نانو ذره	گرافیتی	-	91	-	34	300	5	[22]



Fig. 6 Stress-strain cures at room and high temperature of 180, 270, 360 and 450 °C.

شکل 6 نمودار تنش-کرنش در دمای محیط و فشار داغ در دماهای 180، 270 و 450 درجه سانتی گراد.

4- نتيجەگىرى

اندازه کریستالیتها در قطعه ساخته شده با فشار 40MPa (با قالب گرافیتی) بزرگتر از قطعه ساخته شده با فشار 250MPa (با قالب اینکونلی) بدست آمد. از نتایج بهدست آمده میتوان تغییر شکل پلاستیک در فشارهای بالا در فرایند SPS را مشاهده کرد که با بالا بودن دما، امکان تشکیل مرزهای فرعی در حین تغییر شکل پلاستیک برای فلز نقره با انرژی نقص در چیده شدن پایین فراهم شده است که باعث کوچکتر شدن ساختار توزیع یکنواخت حفرات در نمونه شده است. این در حالی است کریستالی در نمونه با فشار بالاتر شده است. فشار بالا باعث که مساحت سطح حفرات در سطح هر دو نمونه تقریباً برابر بدست آمده است. همچنین با بالا رفتن فشار تغییر قابل توجهی در دانسیته مشاهده نشد اما میزان سختی از ۱00Hv به در دانسیته مشاهده نشد اما میزان سختی از 100Hv به در مای بالا نوایش پیدا کرد. نتایح آزمون فشار روی نمونه بهینه در دمای بالا نشانگر رفتار سوپرپلاستیک این آلیاژ نانوساختار است.

5- تشکر و قدردانی نگارندگان بر خود لازم میدانند از حمایت مالی دانشگاه آزاد اسلامی

واحد نجف آباد در انجام این تحقیق، تشکر و قدردانی کنند.

6- مراجع

- T.L.b. V. Viswanathan, K. Balani, A. Agarwal, S. Seal, Challenges and advances in nanocomposite processing techniques, *Materials Science and Engineering*, 54, 121-285, 2006.
- [2] Y. Zheng, S. Wang, M. You, H. Tan, W. Xiong, Fabrication of nanocomposite Ti(C,N)-based cermet



Image-j با استفاده از نرمافزار FESEM جدول 3 نتایج بدست آمده از تصاویر Table 3 Results derived from Image-j software

اندازه ذرات (nm)	مساحت سطح حفرات (%)	قطعات
100	3	قطعه ساخته شده با قالب اينكونلي
300	4	قطعه ساخته شده با قالب گرافیتی

3-5- آزمون فشار دمای محیط و فشار داغ

با توجه به بالا بودن خواص از جمله سختی بالاتر، اندازه کریستالیت و اندازه ذرات کوچکتر در چگالی نسبتاً یکسان، از نمونه ساخته شده در قالب اینکونلی برای انجام آزمون فشار استفاده گردید. نتایج آزمون فشار در دمای محیط و فشار داغ با دماهای متفاوت به صورت نمودار تنش-کرنش مهندسی در شکل 6 نشان داده شده است. منحنی تنش-کرنش در دمای محیط نشان دهنده تبلور مجدد پویا است که گویای افزایش دانسیته نابجاییها با افزایش فشار میباشد. در نمونههای فشار داخ پدیده غالب بازیابی پویا است. در این پدیده تنش سیلان و اندازه دانه ثابت مانده و دانهها فقط دچار تغییر شکل میشوند. به این صورت نابجاییهای تولید شده با تغییر شکل میشوند. بهوسیله لغزش از بین میروند [30]. رفتار دمای بالای این آلیاژ و ثبات تنش سیلان آن نشانگر وجود پدیده سوپرپلاستیک در دمای بالا است. S.S.R. Akella, K. Sivaprasad, R. Narayanasamy, K. Venkateswarlu, Mechanical behavior and void coalescence analysis of cryorolled AA8090 alloy, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 93(1-4), 253-259, 2016.

- [17] N. Naga Krishna, R. Tejas, K. Sivaprasad, K. Venkateswarlu, Study on cryorolled Al–Cu alloy using X-ray diffraction line profile analysis and evaluation of strengthening mechanisms, *Materials & Design*, 52, 785-790, 2013.
- [18] R.E. Smallman, K.H. Westmacott, Stacking faults in face-centred cubic metals and alloys, *Philosophical Magazine*, 2(17), 669-683, 1957.
- [19] D. Kuhlmann-Wilsdorf, Theory of Plastic Deformation:-- properties of low energy dislocation structures, *Materials Science and Engineering A*, 113, 1-41, 1989.
- [20] M.H. F. John Humphreys, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon, (2004).
- [21] M. Eriksson, D. Salamon, M. Nygren, Z. Shen, Spark plasma sintering and deformation of Ti–TiB2 composites, *Materials Science and Engineering: A*, 475(1-2), 101-104, 2008.
- [22] R. Chaim, Densification mechanisms in spark plasma sintering of nanocrystalline ceramics, *Materials Science and Engineering: A*, 443(1-2), 25-32, 2007.
- [23] R.P. Carreker, Tensile deformation of silver as a function of temperature, strain rate, and grain size, *Jom*, 9(1), 112-115, 2017.
- [24] X.Y. Qin, X.J. Wu, L.D. Zhang, The microhardness of nanocrystalline silver, *Nanostructured Materials*, 5(1), 101-110, 1995.
- [25] Y.Q. Fu, C. Shearwood, B. Xu, L.G. Yu, K.A. Khor, Characterization of spark plasma sintered Ag nanopowders, *Nanotechnology*, 21(11), 115707-115714, 2010.
- [26] I. marek, A michalcova, T frantisek-kubatik, high strength bulk nano-crystalline silver prepared by selective leaching combined with spark plasma sintering, *materials science and Engineering*, 627, 326-332, 2015.
- [27] L. Rautkari, K. Laine, A. Kutnar, S. Medved, M. Hughes, Hardness and density profile of surface densified and thermally modified Scots pine in relation to degree of densification, *Journal of Materials Science*, 48(6), 2370-2375, 2012.
- [28] H. Conrad, K. Jung, Effect of grain size from millimeters to nanometers on the flow stress and deformation kinetics of Ag, *Materials Science and Engineering: A*, 391(1-2), 272-284, 2005.
- [29] S.E. Rogers, Some Problems in the Powder Metallurgy of Titanium, *Powder Metallurgy*, 4(7), 249-267, 2014.
- [30] Z. Zeng, L. Cheny, F. Zhu, X. Liu, Dynamic Recrystallization Behavior of a Heat-resistant Martensitic Stainless Steel 403Nb during Hot Deformation, J. Mater. Sci. Technol., 27(10), 913-919, 2011.

by spark plasma sintering, *Materials Chemistry and Physics*, 92(1), 64-70, 2005.

- [3] H. Wang, X.-W. Cheng, Z.-H. Zhang, Z.-Y. Hu, S.-L. Li, Microstructures and mechanical properties of bulk nanocrystalline silver fabricated by spark plasma sintering, *Journal of Materials Research*, 31(15), 2223-2232, 2016.
- [4] D. Giuntini, J. Raethel, M. Herrmann, A. Michaelis, E.A. Olevsky, D. Bouvard, Advancement of Tooling for Spark Plasma Sintering, *Journal of the American Ceramic Society*, 98(11), 3529-3537, 2015.
- [5] D. Giuntini, J. Raethel, M. Herrmann, A. Michaelis, C.D. Haines, E.A. Olevsky, Spark plasma sintering novel tooling design: temperature uniformization during consolidation of silicon nitride powder, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 124(4), 403-414, 2016.
- [6] 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*, 81, 56-59, 2014.
- [7] O. Guillon, J. Gonzalez-Julian, B. Dargatz, T. Kessel, G. Schierning, J. Räthel, M. Herrmann, Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: *Mechanisms, Materials, and Technology Developments, Advanced Engineering Materials*, 16(7), 830-849, 2014.
- [8] J.P. Kelly, O.A. Graeve, Spark Plasma Sintering as an Approach to Manufacture Bulk Materials: Feasibility and Cost Savings, *Jom*, 67(1), 29-33, 2014.
- [9] V. Mamedov, Spark plasma sintering as advanced PM sintering method, *Powder Metallurgy*, 45(4), 322-328, 2002.
- [10] J.G. Santanach, C. Estournès, A. Weibel, G. Chevallier, V. Bley, C. Laurent, A. Peigney, Influence of pulse current during Spark Plasma Sintering evidenced on reactive alumina–hematite powders, *Journal of the European Ceramic Society*, 31(13), 2247-2254, 2011.
- [11] P.P. Choi, J.S. Kim, O.T.H. Nguyen, Y.S. Kwon, Ti50Cu25Ni20Sn5 bulk metallic glass fabricated by powder consolidation, *Materials Letters*, 61(23-24), 4591-4594, 2007.
- [12] D.V. Quach, J.R. Groza, A. Zavaliangos, U. Anselmi-Tamburini, Fundamentals and applications of field/current assisted sintering, 249-275, 2010.
- [13] S. Grasso, H. Yoshida, H. Porwal, Y. Sakka, M. Reece, Highly transparent a-alumina obtained by low cost high pressure SPS, *Ceramics International*, 39, 3243–3248, 2013.
- [14] M. Sokol, S. Kalabukhov, M.P. Dariel, N. Frage, High-pressure spark plasma sintering (SPS) of transparent poly crystalline magnesium aluminate spinel (PMAS), *Journal of the European Ceramic Society*, 34, 4305–4310, 2014.
- [15] F. Zhang, K. Lin, J. Changa, J. Lua, C. Ning, Spark plasma sintering of macroporous calcium phosphate scaffolds from nanocrystalline powders, *Journal of the European Ceramic Society*, 28, 539–545, 2008.
- [16] K.S.V.B.R. Krishna, S. Vigneshwaran, K.C. Sekhar,