

# تأثیر روش‌های مختلف فعال‌سازی بر ریزساختار، سختی و رفتار چگالش پودر مولیبدن تف‌جوشی شده

زهرا اصغری\*، کریم زنگنه‌مدار، سعید برجی، حسن عباس‌زاده و شهرام سیدین  
دانشگاه صنعتی مالک‌اشتر

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۰۴/۰۴ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۰۴/۲۴)

چکیده-

( )  
X EDS  
% / % ( ) % % ( ) %  
 $\delta$ -NiMo % ( )  
واژگان کلیدی :

## The Effect of Different Activation Methods on Microstructure, Hardness and Densification Behavior of Sintered Mo Powder

Z. Asghary\*, K. Zangeneh-madar, S. Borji, H. Abbaszadeh and S. Seyyedini  
Malek-Ashtar University of Technology

**Abstract:** In this article, sintering activation methods of Mo powder (chemical, mechanical and surface activation) were studied. For this purpose, the milled/reduced Mo nanopowder was sintered at 900, 1100 and 1400 °C for 1 hr. For comparison of

\* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: zahra.as13@yahoo.com

*sintering activation methods (mechanical and chemical activation) and their effects on microstructural characteristics, commercial micropowder Mo as well as Ni additive was used. The samples were compacted under a pressure of 400 MPa and then sintered at 1400 °C for 1 hr. The microstructure of sintered samples was studied by scanning electron microscope (SEM) along with EDS. Phase analysis was performed using X-ray diffraction (XRD) technique. The sintered densities of samples were measured by Archimedes method. Relative densities of specimens obtained from micro, nano, micro+20% nano and micro+1.5% Ni additive powders were attained as 80%, 93%, 86% and 95%, respectively. It was found that the  $\delta$ -NiMo intermetallic layer may be formed at the grains' boundaries due to Ni additive, leading to grain boundary microcracks as well as loss of mechanical properties of samples.*

**Keywords:** Sintering activation, Mo nanopowder, Densification behavior, Additive.

## ۱- مقدمه

طبق جدول (۱) ترکیب پودرهای مولیبدن اولیه مورد استفاده در تحقیق حاضر از فعال‌سازی مکانیکی نیز جهت افزایش قابلیت تف‌جوشی استفاده می‌شود. در فعال‌سازی مکانیکی با ریز کردن ذرات پودر و ذخیره‌سازی انرژی کرنشی در دانه‌ها، نیروی محرکه برای آغاز فرایند تف‌جوشی افزایش می‌یابد [۱۳].

در این تحقیق، افزایش قابلیت تف‌جوشی مولیبدن با استفاده از روش‌های مختلف فعال‌سازی بررسی شده و با نتایج به دست آمده از تف‌جوشی ذرات نانو مقایسه می‌شود.

## ۲- نحوه‌ی انجام آزمایش

پودر اکسید مولیبدن ( $\text{MoO}_3$ ) با اندازه ذرات حداکثر پنج میکرون به عنوان پودر اولیه استفاده شد. نانو پودر اکسید مولیبدن پس از آسیاب به مدت ۲۰ ساعت با سرعت ۴۰۰ rpm در آسیاب سیاره‌ای (Germany, PM400)، به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت اتمسفر گاز هیدروژن احیا شد. نانو پودر به دست آمده از احیا تحت فشار ۴۰۰ مگاپاسکال فشرده و در دماهای ۹۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت تف‌جوشی شد. برای بررسی تاثیر روش‌های فعال‌سازی تف‌جوشی (فعال‌سازی شیمیایی و مکانیکی) و هم‌چنین تاثیر فعال‌سازهای مختلف بر ریزساختار و قابلیت تف‌جوشی، از پودر میکرو مولیبدن تجاری و افزودنی نیکل مطابق جدول (۱) استفاده شد. مورفولوژی ذرات پودر نانو و میکرو مولیبدن و نیکل در شکل (۱) نشان داده شده است. نمونه‌ها تحت فشار ۴۰۰ MPa فشرده و در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد با

مولیبدن با نقطه‌ی ذوب ۲۶۱۰ درجه سانتی‌گراد، با ساختار بلوری مکعبی مرکزدار (bcc) و چگالی  $10/22 \text{g/cm}^3$  جزء فلزات دیرگداز است و فراوری آن از طریق فرایند متالورژی پودر صورت می‌گیرد. استحکام مناسب در دمای، مقاومت خزشی مطلوب، ضریب انبساط گرمایی کم و هدایت گرمایی بالا سبب شده که آلیاژهای مولیبدن موادی مناسب برای کاربرد در دمای بالا محسوب شوند [۱-۳]. برای اینکه بتوان به چگالی‌هایی معادل با ۹۰٪ چگالی نظری دست یافت، لازم است فرایند تف‌جوشی پودر مولیبدن خالص در بازه دمایی ۲۰۰۰-۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد در مدت زمان‌های نسبتاً طولانی انجام گیرد. به منظور کاهش دمای لازم برای تف‌جوشی و به دنبال آن کاهش هزینه‌ی فرایند تولید، از روش‌های متعدد فعال‌سازی مانند فعال‌سازی مکانیکی، شیمیایی و سطحی استفاده می‌شود [۴-۶].

در فعال‌سازی شیمیایی، افزودن عناصری مانند نیکل، پلاتین و کبالت انرژی فعال‌سازی را برای آغاز تف‌جوشی شدیداً کاهش می‌دهد. اگرچه این روش بر افزایش قابلیت تف‌جوشی پودر مولیبدن موثر است با این حال، خواص هدایتی و مکانیکی مولیبدن را تحت تاثیر قرار می‌دهد [۷-۹]. در فعال‌سازی سطحی که با استفاده از ذرات بسیار ریز (نانو ذرات) پودر مولیبدن انجام می‌شود، با افزودن پودر نانو می‌توان دمای تف‌جوشی را به حدود ۱۴۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش داد که علت آن افزایش قابلیت تراکم‌پذیری پودر در مرحله تف‌جوشی، به دلیل کاهش اندازه ذرات و افزایش سطح موثر مخلوط پودر است [۱۰-۱۲].

جدول ۱- ترکیب پودرهای مولیبدن اولیه مورد استفاده در تحقیق حاضر

نمونه	۱۰۰٪ پودر Mo	۱۰۰٪ پودر Mo	پودر میکرونی Mo حاوی ۱٪ Ni	پودر میکرونی Mo حاوی ۱٪ Ni	پودر میکرونی Mo حاوی ۲۰٪ نانوپودر Mo
کد نمونه	Mn	Mm	MN1	MN1.5	Mn10
					Mn20

برای بررسی اثر اندازه ذرات پودر اولیه بر ریزساختار نمونه‌های تف‌جوشی شده با چگالی یکسان، نانو پودر مولیبدن در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، به مدت یک ساعت و پودر میکرو مولیبدن در دمای ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت دو ساعت تف‌جوشی شدند. از محلول H حاوی گلیسرین، اسید نیتریک و اسید فلئوریک با نسبت ۱:۱:۲ جهت متالوگرافی نمونه‌های تف‌جوشی شده استفاده شد.

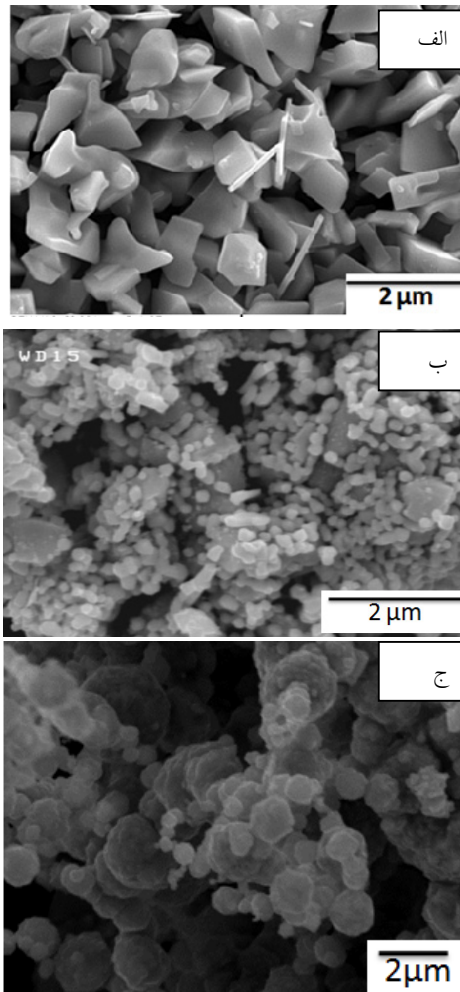
ریزساختار و ترکیب شیمیایی نمونه‌های تف‌جوشی شده نیز توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM، VEGA، Czech Republic، TESCAN) مجهز به تحلیل‌گر EDS و نیز به روش تفرق اشعه X (XRD، Philips، Holland) با تابش  $K_{\alpha}$  مس و طول موج ۱/۵۴۲ آنگستروم مورد ارزیابی قرار گرفت. چگالی نمونه‌ها پس از تف‌جوشی به روش ارشمیدوس اندازه‌گیری شد. سختی سنجی نمونه‌ها به روش ویکرز با فرورنده الماس تحت نیروی ۳۰ کیلوگرم انجام گرفت.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱ مقایسه رفتار تف‌جوشی پودر نانو و میکرو

##### مولیبدن

تصاویر SEM<sup>۳</sup> از سطح مقطع نمونه‌های (Mn) پودر نانو تف‌جوشی شده در دمای ۹۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در شکل (۲) نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، تف‌جوشی ذرات پودر نانو در دمای ۹۰۰



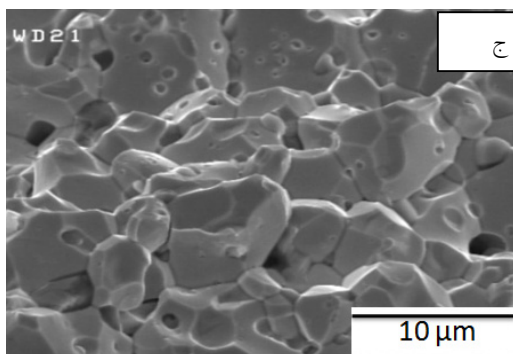
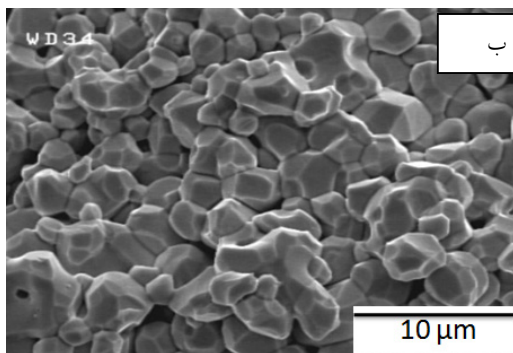
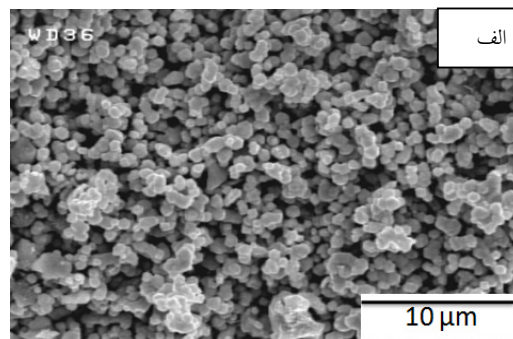
شکل ۱- تصاویر SEM الف) پودر میکرو مولیبدن، ب) نانو پودر مولیبدن و ج) پودر نیکل

نرخ گرمایش پنج سانتی‌گراد بر دقیقه به مدت یک ساعت تف‌جوشی شدند.

توجهی در نمونه ایجاد نمی‌شود. چگالی نمونه تف‌جوشی شده در این دما برابر با ۵۶٪ چگالی نظری می‌باشد. با افزایش دمای تف‌جوشی تا ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد، فرایند تف‌جوشی تا مرحله دوم که شامل نفوذ و رشد هم‌زمان دانه‌های مولیبدن است پیش می‌رود که نتیجه‌ی این مرحله از تف‌جوشی رسیدن به ۷۸٪ چگالی نظری است. وجود تخلخل‌های کروی در سطح مقطع نمونه تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز، حاکی از مرحله پایانی تف‌جوشی است. در این مرحله از تف‌جوشی که با نرخ چگالش کمتری نسبت به مرحله اول و دوم رخ می‌دهد، تخلخل‌های باز شروع به بسته شدن کرده و با توجه به کاهش چگالی تخلخل‌ها در نمونه، دانه‌ها به سرعت شروع به رشد کردن می‌کنند. بر اساس مدل‌های ارائه شده، مرحله سوم تف‌جوشی در چگالی‌های بالاتر از ۹۳٪ چگالی نظری آغاز می‌شود.

تصویر SEM از سطح مقطع نمونه‌های میکرو و نانو مولیبدن که پس از تف‌جوشی به چگالی نسبی ۹۳٪ رسیده‌اند، در شکل (۳) نشان داده شده است. دما و مدت زمان تف‌جوشی برای دستیابی به این میزان از چگالش برای ذرات پودر نانو و میکرو به ترتیب برابر با ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت و ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت بوده است. همان‌گونه که در تصویر شکل (۳) مشاهده می‌شود، نمونه‌ی حاصل از تف‌جوشی ذرات پودر نانو از ساختار ریز دانه‌تری برخوردار است. اندازه متوسط دانه‌ها در این نمونه حدود ۵-۲ میکرون اندازه‌گیری شده، در حالی که در نمونه‌ی حاصل از تف‌جوشی پودر میکرو، ریزساختار شامل دانه‌هایی با اندازه متوسط ۲۰ میکرون است.

کمتر بودن دمای لازم برای تف‌جوشی ذرات پودر نانو نسبت به پودر میکرو را می‌توان به تاثیر اندازه ذرات بر روی نیروی محرکه لازم برای آغاز فرایندهای نفوذ اتمی حین تف‌جوشی نسبت داد [۱۴]. با کاهش اندازه ذرات پودر، از طرفی نسبت سطح به حجم کل ذرات افزایش یافته و با ازدیاد



شکل ۲- تصاویر SEM سطح شکست نمونه‌های حاصل از تف‌جوشی پودر نانو مولیبدن در دمای الف) ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، ب) ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و ج) ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد

درجه سانتی‌گراد منجر به تشکیل گلوئی بین ذرات مجاور شده که حاکی از قرار داشتن نمونه در مرحله اولیه تف‌جوشی است. در این مرحله، به دلیل مکانیزم نفوذ سطحی و تشکیل نقاط اتصال ناچیز بین ذرات پودر مولیبدن، چگالش قابل

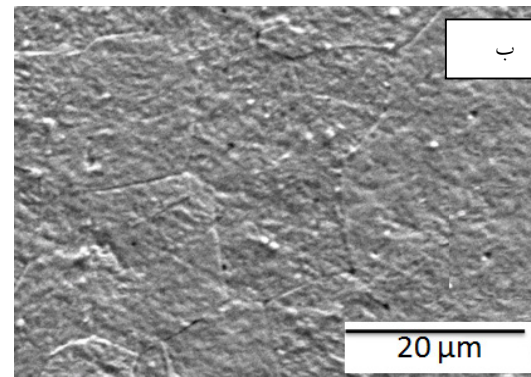
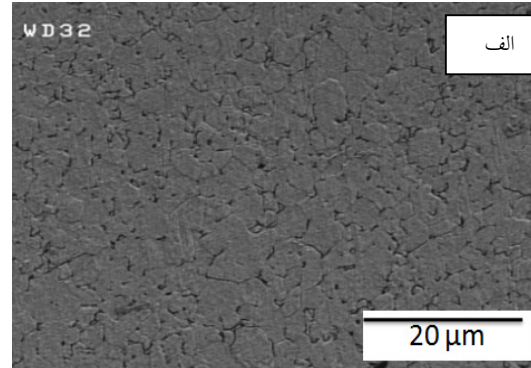
در این معادله  $Q$  انرژی اکتیواسیون،  $K$  ثابت بولتزمن،  $D_1$  و  $D_2$  اندازه ذرات در دمای  $T_1$  و  $T_2$  و  $m$  ثابتی است که به نوع فرایند انتقال ذرات وابسته است. [۱۲].

$$T_2 = \frac{1}{\left[\left(\frac{1}{T_1}\right) - (k_m / Q \ln \frac{D_2}{D_1})\right]} \quad (1)$$

ذرات پودر نانو به دست آمده از آسیاب مکانیکی به صورت خوشه‌هایی با اندازه‌های کمتر از ۲۰۰ نانومتر به یکدیگر ملحق و با شروع فرایند تف‌جوشی، سطوح مشترک بین ذرات پودر در هر خوشه، با استفاده از مکانیزم نفوذ سطحی، به مرز دانه‌ها تبدیل می‌شوند. این مرز دانه‌ها به عنوان مسیرهای اصلی نفوذ در مرحله ابتدایی تف‌جوشی عمل خواهند کرد. کیم و همکارانش [۱۴] نشان دادند که در مرحله اول تف‌جوشی نانو ذرات، مکانیزم نفوذ غالب، نفوذ مرز دانه‌ای با انرژی فعال‌سازی کم (۱۸۰ کیلوژول در مقایسه با ۳۴۵ کیلوژول برای پودر میکرو) است. از این رو، قابلیت نفوذ اتمی در قطعه حاصل از فشرده‌سازی ذرات پودر نانو به مراتب بیشتر از ذرات پودر میکروست. به عبارت دیگر، به دلیل وجود سطوح تماس فراوان بین ذرات پودر نانو، مکانیزم نفوذ از حالت حجمی به حالت مرز دانه‌ای تغییر ماهیت می‌دهد. نفوذ حجمی اساساً به تعداد جاهای خالی تعادلی وابسته بوده و با دما فعال می‌شود، در حالی که، نفوذ مرز دانه‌ای به چگالی مرز دانه‌ها وابسته است.

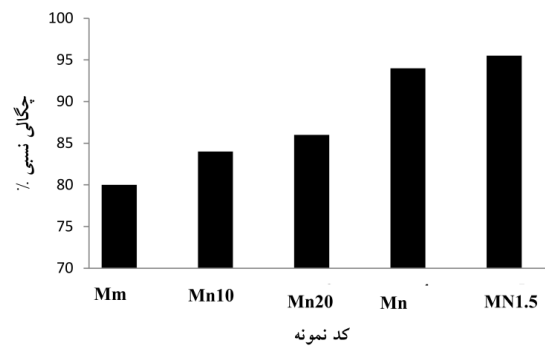
### ۳-۲ مقایسه رفتار چگالش پودرهای تف‌جوشی شده

برای مقایسه تاثیر افزودنی‌ها بر قابلیت تف‌جوشی پودر میکرو مولیبدن، عنصر نیکل در مقادیر مختلف به مخلوط پودر اولیه افزوده شده است. شکل (۴) چگالی پودرهای تف‌جوشی شده با ترکیبات مختلف را نشان می‌دهد. تصاویر SEM نمونه‌های  $Mn10$ ،  $Mn20$ ،  $Mn1$  و  $MN1.5$  در شکل (۵) نشان داده شده است.

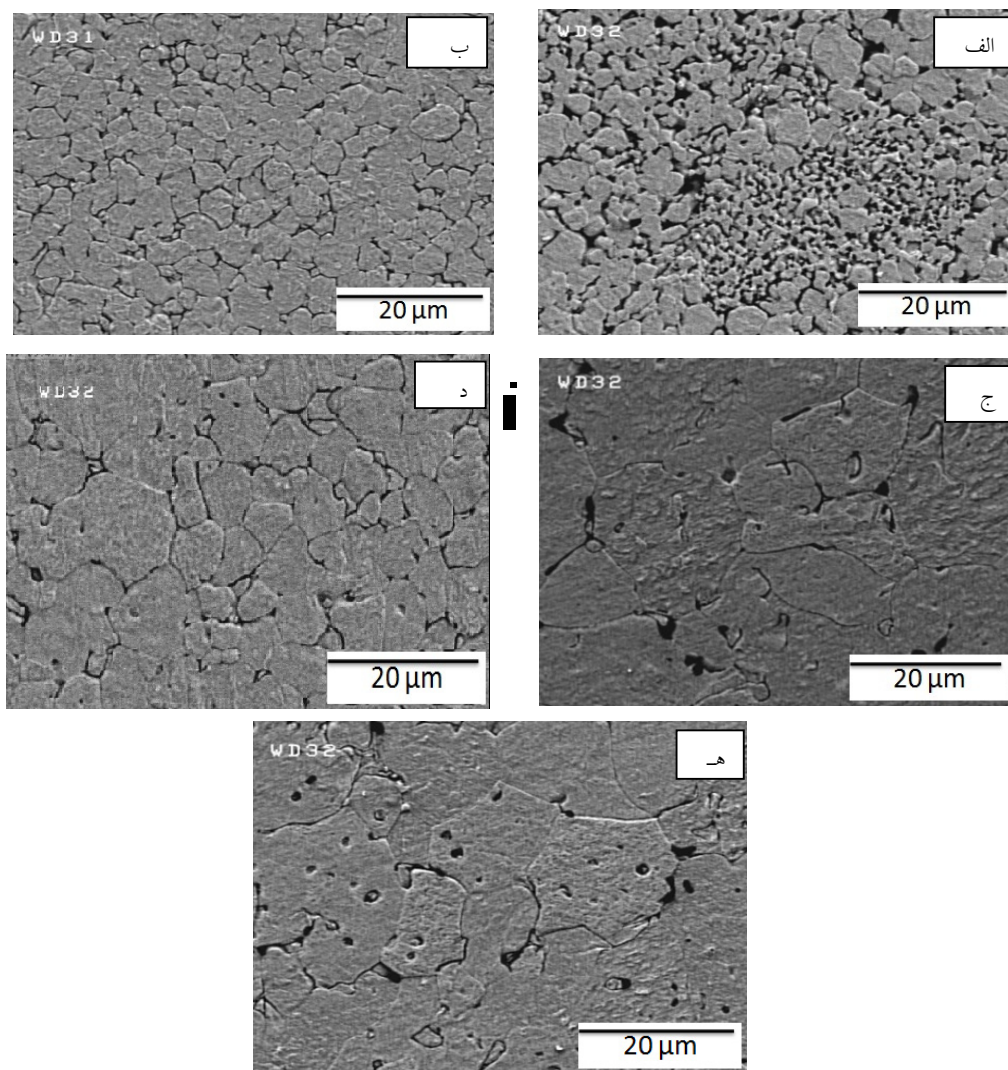


شکل ۳- تصاویر SEM سطح مقطع نمونه‌های حاصل از تف‌جوشی (الف) پودر نانو در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت و (ب) پودر میکرو در دمای ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت.

انرژی آزاد سطحی، نیروی محرکه لازم برای تف‌جوشی نیز افزایش می‌یابد. مسیرهای سطحی برای نفوذ اتم‌ها به مناطق گلویی وسیع‌تر شده و با افزایش نرخ نفوذ اتم‌ها، نرخ تف‌جوشی نیز افزایش می‌یابد. تاثیر دیگری که کاهش اندازه ذرات بر روی فرایند تف‌جوشی دارد، مربوط به نقطه ذوب آنهاست. ذرات پودر نانو نسبت به ذرات پودر میکرو از نقطه ذوب کم‌تری برخوردارند که به فعالیت بالای سطحی در آنها مربوط می‌شود [۱۱]. در نتیجه نقطه آغاز فرایند تف‌جوشی که برابر با  $0.8T_m$  است، برای ذرات نانو به مراتب کم‌تر از ذرات میکرو خواهد بود. برای بیان ارتباط بین دمای آغاز تف‌جوشی و اندازه متوسط ذرات پودر از معادله‌ی (۱) استفاده می‌شود.



شکل ۴- چگالی نمونه‌های حاصل از تف‌جوشی پودر مولیبدن فعال‌شده به روش‌های مختلف.

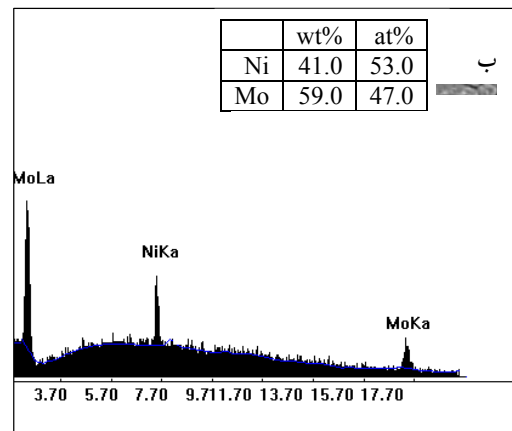
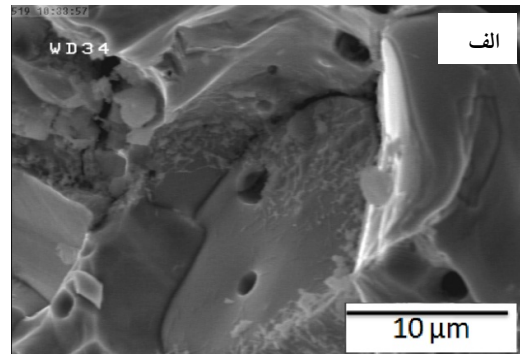


شکل ۵- تصاویر SEM نمونه‌های تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد حاصل از پودرهای

مولیبدن (الف) Mm، (ب) Mn10، (ج) Mn20، (د) MN1 و (ه) MN1.5

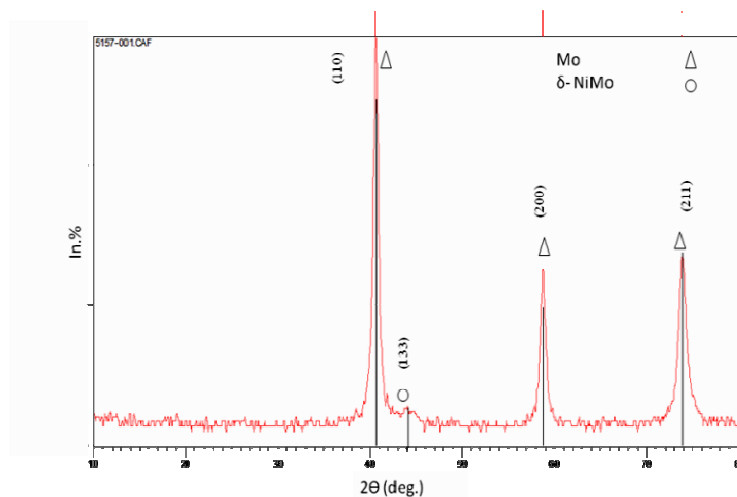
مکانیکی نمونه‌ها تضعیف نمی‌گردد [۱۳]. افزودن ۱٪ وزنی نیکل به پودر اولیه (شکل (۵-د)) سبب می‌شود شبکه تخلخلی باز از نظر هندسی ناپایدار شده، حفره‌های استوانه‌ای به هم ریخته و به حفره‌های کروی (که در کند کردن رشد دانه چندان تاثیری ندارد) تبدیل می‌شود. حذف مناطق تخلخل‌های استوانه‌ای و حبس شدن تخلخل‌های کروی در درون دانه‌ها، هم‌چنین رشد دانه‌ها و حذف گوشه در دانه‌ها، حاکی از شروع مرحله پایانی تف‌جوشی است. با افزایش میزان افزودنی نیکل به ۱/۵٪ تخلخل‌های بسته کم‌تر و در عین حال بزرگ‌تر شده و رشد دانه‌ها نیز هم‌چنان ادامه می‌یابد که در این نمونه می‌توان کروی شدن دانه‌ها را مشاهده کرد (شکل (۵-ه)). استحاله مرزدانه از حالت مسطح به حالت غیر مسطح یکی از نتایج افزودنی به مولیبدن خالص است. افزایش نرخ نفوذ در نمونه‌های حاوی افزودنی را می‌توان به انحلال بالای مولیبدن در آنها نسبت داد [۱۵]. به علت انحلال بالای مولیبدن در نیکل و در عین حال انحلال ناچیز این عنصر در مولیبدن، جریان یک طرفه‌ی انتقال ماده از سمت ذرات پودر مولیبدن به سمت لایه‌های غنی از نیکل ایجاد می‌شود. این اختلاف در نفوذ اتمی به سمت درون دانه و مرز دانه‌ها سبب ایجاد جاهای خالی در ذرات پودر مولیبدن خواهد شد. با افزایش میزان عیوب در درون دانه‌ها، نرخ نفوذ حجمی در دانه‌های مولیبدن افزایش یافته و منجر به بهبود نرخ چگالش نسبت به نمونه بدون افزودنی می‌شود. هم‌چنین لایه‌های غنی از افزودنی در سطح ذرات پودر مولیبدن رسوب نموده و با ایجاد مسیری با قابلیت نفوذ بالا برای اتم‌های مولیبدن در مرز دانه‌ها نرخ نفوذ اتمی به سمت مناطق گلوئی را افزایش می‌دهد. بنابراین با افزایش قابلیت نفوذ، سرعت رشد دانه‌ها و کروی شدن آنها تسریع می‌شود [۹ و ۱۵].

شکل‌های (۶) تصویر SEM سطح شکست نمونه MN1.5 را نشان می‌دهند. سطح شکست از نوع شکست بین دانه‌ای بوده و آنالیز EDS از سطح، وجود مقادیر زیاد نیکل در مناطق شکست را اثبات می‌کند. نسبت وزنی نیکل به مولیبدن در این



شکل ۶- (الف) تصویر SEM سطح شکست نمونه MN1.5، (ب) تحلیل EDS از نقطه مشخص شده در تصویر

تشکیل مناطق گلوئی بین ذرات پودر در مراحل ابتدایی تف‌جوشی، در (شکل (۵-الف)) قابل مشاهده است. با افزودن ۱۰٪ پودر نانو (شکل (۵-ب)) ساختار حفره‌ها همگن‌تر شده و بنابراین، ساختار حفره‌ای بهم پیوسته و استوانه‌ای تشکیل می‌شود. ۲۰٪ وزنی پودر نانو فرایند تف‌جوشی را در بخش پایانی مرحله میانی تف‌جوشی قرار می‌دهد که میانگین اندازه دانه‌ها بزرگ‌تر و تعدادشان کم‌تر می‌شود. این مرحله با جدا شدن حفره‌ها از یکدیگر و کاهش آهنگ تف‌جوشی همراه است (شکل (۵-ج)). در فعال‌سازی مکانیکی، با ریز کردن ذرات پودر و ذخیره‌سازی کرنش در دانه‌ها، نیروی محرکه برای آغاز فرایند تف‌جوشی افزایش می‌یابد. نکته مهم در روش فعال‌سازی مکانیکی آن است که در ترکیب شیمیایی نمونه تغییری حاصل شده و خواص



شکل ۷- آنالیز XRD نمونه MN1.5

جدول ۲- برخی خواص مولیبدن و ترکیب بین فلزی δ-NiMo.

خواص	Mo	δ-NiMo	مرجع
در $D_{Mo}$ ( $cm^2/sec$ )	$1/14 \times 10^{-14}$	$3 \times 10^{-10}$	[۱۷]
سختی (ویکرز)	۲۰۰	۹۹۲	[۱۸]

$D_{Mo}$ : ضریب نفوذ مولیبدن،

نفوذ سطحی خود را به مناطق گلویی رسانده و دوباره در آنجا رسوب می‌کنند [۱۶]. مقادیر ضرایب نفوذ در خود مولیبدن و ضریب نفوذ مولیبدن در ترکیب بین فلزی δ-NiMo در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد در جدول (۲) اشاره شده است.

همان‌گونه که مشاهده می‌شود ضریب نفوذ اتم‌های مولیبدن در فاز δ-NiMo به مراتب بیشتر از ضریب نفوذ در خود مولیبدن است. بنابراین ایجاد فاز فوق در مرز دانه‌ها سبب افزایش نرخ نفوذ اتم‌های مولیبدن جهت رسیدن به مناطق گلویی خواهد شد.

نقاط به یک نزدیک است که این مطلب، وجود ترکیب بین فلزی δ-NiMo را در نمونه فوق تایید می‌کند. الگوی پراش پرتو ایکس نمونه MN1.5 که در شکل (۷) نشان داده شده است نیز تشکیل فاز δ-NiMo را در این نمونه اثبات می‌کند.

در نتیجه می‌توان افزایش قابلیت تف‌جوشی مولیبدن در حضور افزودنی را به تشکیل ترکیبات بین فلزی در مرز بین ذرات مولیبدن نسبت داد. بر اساس مدل‌های پیشنهاد شده برای تف‌جوشی فعال شده پودر تنگستن و مولیبدن، اتم‌های مولیبدن با نفوذ به داخل این ترکیبات، به سطوح خارجی آنها منتقل شده، با استفاده از مکانیزم



جدول ۳- نتایج حاصل از سختی سنجی نمونه‌ها.

نمونه	Mm	Mn10	Mn20	Mn	MN1	MN1.5
سختی (HV)	۱۳۰	۱۴۱	۱۷۰	۱۹۵	۲۸۳	۲۹۰

### ۳-۳ مقایسه سختی پودرهای تف‌جوشی شده

جدول (۳) نتایج حاصل از سختی‌سنجی نمونه‌های تف‌جوشی شده در شرایط مختلف را نشان می‌دهد. در مورد نمونه‌های بدون افزودنی نیکل، با افزایش چگالی طبق معادله‌ی (۲) سختی نیز افزایش می‌یابد [۲۰].

$$\frac{H_R^2}{H_0^2} = \frac{D^2 - D_0^2}{1 - D_0^2} \quad (2)$$

در معادله‌ی فوق  $H_R$ ، سختی نمونه پس از تف‌جوشی و  $H_0$  سختی مولیبدن خالص (با چگالی نظری) است.  $D$  چگالی نمونه  $D$  و  $D_0$  عدد ثابتی است که در محدوده ۰/۶ یا ۰/۷ برای فلزات گزارش شده است [۲۰]. سختی مولیبدن خالص ( $H_0$ ) با چگالی نظری، حدود ۲۰۰ ویکرز می‌باشد. بر اساس رابطه (۲) با افزایش چگالی، سختی نمونه افزایش می‌یابد که سختی بالاتر نمونه حاصل از تف‌جوشی پودر نانو را نیز می‌توان به ساختار ریزدانه‌تر آن نسبت داد [۲۰].

سختی نمونه‌های به دست آمده از تف‌جوشی پودر میکرو همراه با افزودنی نیکل، به دلیل تشکیل لایه‌های سخت ترکیبات بین فلزی در مرز دانه‌ها حتی از نمونه نانو (نمونه با بیشترین چگالی و ریزترین اندازه دانه) نیز بیشتر است. جدول (۲) سختی ترکیب  $\delta$ -NiMo را در مقایسه با سختی مولیبدن خالص با چگالی نظری نشان می‌دهد.

### ۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق، رفتار تف‌جوشی نانو پودر مولیبدن و میکرو پودر مولیبدن با مقدار افزودنی مختلف به همراه

ویژگی‌های ریزساختاری و سختی نمونه‌های تف‌جوشی شده ارزیابی گردید. نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که:

۱. چگالی و سختی نمونه‌ی حاصل از تف‌جوشی نانو پودر مولیبدن (فعال‌سازی سطحی شده) در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت به ترتیب برابر با ۹۳٪ و ۱۹۰ ویکرز است.

۲. اندازه‌ی متوسط دانه‌ی نمونه‌های تف‌جوشی شده با چگالی‌های یکسان برای نانو پودر ۵-۲ میکرون و برای میکرو پودر مولیبدن، ۲۰ میکرون اندازه‌گیری شد.

۳. با افزودن ۲۰٪ نانو پودر مولیبدن به پودر میکرونی مولیبدن، قابلیت تف‌جوشی پودر میکرونی از ۸۰٪ به ۸۶٪ افزایش می‌یابد.

۴. تشکیل ترکیبات بین فلزی  $\delta$ -NiMo در نمونه تف‌جوشی شده با پودر میکرونی مولیبدن همراه با افزودنی نیکل، سبب افزایش چگالی نمونه به ۹۵٪ چگالی نظری خواهد شد.

۶. چگالی نمونه حاصل از تف‌جوشی نانو پودر (۹۳٪) با چگالی نمونه حاصل از تف‌جوشی پودر میکرونی همراه با ۱/۵٪ نیکل (۹۵٪) تقریباً یکسان است. با این تفاوت که ساختار حاصل از تف‌جوشی نانو پودر از دانه‌بندی ریزتری برخوردار بوده و فاقد ترکیبات ترد بین فلزی است.

1. energy dispersive spectrometer
2. X-ray diffraction
3. scanning electron microscope

## مراجع

1. Manukyan, K., Davtyan, D., Bossert, J., Kharatyan, S., "Direct Reduction of Ammonium Molybdate to Elemental Molybdenum by Combustion Reaction", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 168, pp. 925-930, 2010.
2. Specific Metals and Alloys, ASM Handbook, ASM International, pp. 558-584, 1993.
3. Garg, P., Park, S. J., and German, R. M., "Effect of Die Compaction Pressure on Densification Behavior of Molybdenum Powders", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 25, pp. 16-24, 2007.
4. Srivatsan, T.S., Ravi, B.G., Petraroli, M., Sudarshan, T.S., "The Microhardness and Microstructural Characteristics of Bulk Molybdenum Samples Obtained by Consolidating Nanopowders by Plasma Pressure Compaction", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 20, pp. 181-186, 2002.
5. Tuominen, S.M., "Preparation and Sintering of Fine Molybdenum Powder" *Powder Technology*. Vol. 30, pp. 73-76, 1981.
6. Savin, A.V., "Particle Growth During the Reduction of W and Mo and Activation of the Sintering of these Metals", *Powder Metallurgy Metal Ceramics*, Vol. 7, pp. 695, 1968.
7. Hofmann, H., Grosskopf, M., Hofmann, M., Amtenbrink, "Sintering Behavior and Mechanical Properties of Activated Sintered Molybdenum", *Powder Metallurgy*, Vol. pp. 201-206, 1986.
8. Smith, J.T., "Diffusion Mechanism for the Nickel-Activated Sintering of Molybdenum", *Journal Application Physics*, Vol. pp. 595-598, 1963.
9. Hwang, K.S., Huang, H.S., "Identification of the Segregation Layer and Its Effect on the Activated Sintering and Ductility of Ni-Doped Molybdenum", *Acta Materialia*, pp. 3915-3926, 2003.
10. Majumdar, S., Raveendra, S., Samajdar, I., Bhargavaand P., Sharma, I. G., "Densification and Grain Growth During isothermal Sintering of Mo and Mechanically Alloyed Mo-TZM", *Acta Materialia*, Vol. 57, pp. 4158- 4168, 2009.
11. Kim, G., Kim, H. G., "Densification Behavior of Mo Nanopowders Prepared by Mechanochemical Processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 469, pp. 401-405, 2009.
12. Kim, G., Lee, Y. J., Kim, D. G., Kim, Y. D., "Consolidation Behavior of Mo Powder Fabricated from Milled Mo Oxide by Hydrogen-Reduction", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 454, pp. 327-330, 2008.
13. Tolochko, O. V., Klimova, O. G., "Effects of Tungsten Nanoparticles Additions on the Densification of Micron Size Tungsten Powder", *Reviews on Advanced Materials Science*, Vol. 21, pp. 192-199, 2009.
14. Kim, S. H., Kim, D. G., Park, M. S., and Kim, Y. D., "Sintering Kinetics Analysis of Molybdenum Nanopowder in a Non-Isothermal Process", *Metals and Materials International*, Vol. 17, pp. 63-66, 2011.
15. German, R. M., Labombard, C. A., *Sintering Molybdenum Treated with Ni, Pd and Pt*, 1982.
16. Corti, C. W., "The Role of the Platinum Metals in the Activated Sintering of Refractory Metals", *Platinum Metals Review*, Vol. 30, pp. 184-195, 1986.
17. Brandes, E. A. Brook, G. B., "Smithells Metals Reference Book", Seventh Edition, A Division of Reed Educational and Professional Publishing Ltd, 1999.
18. Heijwegen, C. P., *Diffusion in the Binary Systems of Molybdenum with Nickel, Iron and Cobalt*, Eindhoven, 1973.
19. Touloukian, Y. S., Kirby, R. K., Taylor R. E., and Desai, P. D., "Thermal Expansion, Metallic Elements and Alloys", Plenum, New York, 1975.
20. Kim, Y., Hong, M. H., Lee, S. H., Kim, E. P., Lee, S., Noh, J. W., "The Effect of Yttrium Oxide on the Sintering Behavior and Hardness of Tungsten" *Metals and Materials International*, Vol. 12, pp. 245-248, 2006.