

Characterization of TiN-5wt%Ti Ceramic and Simulation of its Mechanical Behavior Based on Nanoindentation Analysis

Mehrdad Sheikhlou^{1*}, Ramin Meshkabadi¹, Shahin Keyvani Somarin², Abbas Sabahi Namini¹

¹ Department of Advanced Engineering, Faculty of Advanced Technologies, University of Mohaghegh Ardabili, Ardabil, Iran.

² School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

ARTICLE INFO

Article Type
Original Research

Article History

Received: July 15, 2025
Revised: November 14, 2025
Accepted: November 16, 2025
ePublished: December 24, 2025

ABSTRACT

In this study, an attempt has been made to comprehensively investigate the effect of adding 5 wt% titanium on the microstructural characteristics, mechanical and physical properties of titanium nitride-based ceramics. The sintering of TiN-5wt%Ti ceramics was carried out using the spark plasma sintering (SPS) process in a vacuum atmosphere, under a pressure of 50 MPa, at a temperature of 1900 °C for 7 minutes. The results showed that the lack of sufficient wettability between the titanium additive particles and the titanium nitride matrix phase and the trapping of gases resulting from possible reactions between the particles and residual oxygen during the sintering process were the reasons for the relative density of 92.5%. The formation of the titanium oxide phase during sintering was confirmed by the reactions of titanium with titanium nitride and residual oxygen using the results of field emission scanning electron microscopy (FESEM), X-ray diffraction (XRD) and thermodynamic evaluations. According to the laboratory results of nanoindentation test, the maximum hardness and Young's modulus were obtained at loading rates up to 0.8 mN/s. In addition, pop-in events were observed in the nanoindentation test curves due to the formation of microcracks and dislocation nucleation in the indentation areas. Also, finite element simulation of the nanoindentation test was performed using Abaqus software at the same experimental loading rates, i.e. 0.2, 0.4 and 0.8 mN/s, and a significant agreement was obtained between the laboratory findings and the simulation results.

Keywords: Titanium nitride, nanoindentation, ceramic, simulation, microstructure

How to cite this article

Sheikhlou M, Meshkabadi R, Keyvani Somarin Sh, Sabahi Namini A, Characterization of TiN-5wt%Ti Ceramic and Simulation of its Mechanical Behavior Based on Nanoindentation Analysis. Modares Mechanical Engineering; 2026;26(01):27-42.

*Corresponding author's email: sheikhlou@uma.ac.ir

*Corresponding ORCID ID: 0000-0002-6016-0909



Copyright© 2025, TMU Press. This open-access article is published under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License which permits Share (copy and redistribute the material in any medium or format) and Adapt (remix, transform, and build upon the material) under the Attribution-NonCommercial terms.



مشخصه یابی سرامیک نیتريد تیتانيم - پنج درصد وزنی تیتانيم و شبیه سازی رفتار مکانیکی آن بر اساس آنالیز نانوفرورنده

مهرداد شیخلو^{۱*}، رامین مشک آبادی^۱، شاهین کیوانی ثمرین^۲، عباس صباحی نمینی^۱

^۱ گروه مهندسی نوین، دانشکده فن آوری های نوین، دانشگاه محقق اردبیلی، اردبیل، ایران.
^۲ گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده های فنی، دانشگاه تهران، ایران.

چکیده

در این مطالعه سعی شده است تا تأثیر افزودن ۵ درصد وزنی تیتانیم به طور جامع بر مشخصات ریزساختاری، خواص مکانیکی و فیزیکی سرامیک بر پایه نیتريد تیتانيم بررسی گردد. تفجوشی (sintering) سرامیک TiN-5wt%Ti با استفاده از فرایند تفجوشی پلاسمای جرقه ای (SPS) در اتمسفر خلأ، تحت فشار ۵۰ مگاپاسکال، در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۷ دقیقه انجام گرفت. نتایج به دست آمده نشان دادند که عدم ترشوندگی کافی بین ذرات افزودنی تیتانيم و فاز زمینه نیتريد تیتانيم و به دام افتادن گازهای ناشی از واکنش های احتمالی بین ذرات و اکسیژن باقی مانده در طول فرایند تفجوشی، دلایلی برای چگالی نسبی ۹۲/۵ درصد بوده اند. تشکیل فاز اکسید تیتانيم در طول تفجوشی طبق واکنش های تیتانيم با نیتريد تیتانيم و اکسیژن باقی مانده با استفاده از نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM)، پراش پرتو ایکس (XRD) و ارزیابی های ترمودینامیکی تأیید شد. طبق نتایج آزمایشگاهی آزمون نانوفرورنده (Nanoindentation)، حداکثر سختی و مدول الاستیک در نرخ بارگذاری تا ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه حاصل گردید. علاوه بر آن، رویدادهای pop-in در منحنی های آزمون نانوفرورنده به دلیل تشکیل ریزترک ها و جوانه زنی نابجایی ها در نواحی فرو رفتگی مشاهده شدند. همچنین، شبیه سازی المان محدود آزمون نانوفرورنده با استفاده از نرم افزار آباکوس (Abaqus) در همان نرخ های بارگذاری تجربی یعنی ۰/۲، ۰/۴ و ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه انجام شد، تطابق قابل توجهی بین یافته های آزمایشگاهی با نتایج شبیه سازی حاصل شد.

اطلاعات مقاله

نوع مقاله

مقاله پژوهشی

تاریخچه مقاله

دریافت: ۱۴۰۴/۰۴/۲۴

بازنگری: ۱۴۰۴/۰۸/۲۳

پذیرش: ۱۴۰۴/۰۸/۲۵

ارائه آنلاین: ۱۴۰۴/۱۰/۰۳

کلیدواژه ها: نیتريد تیتانيم، نانوفرورنده، سرامیک، شبیه سازی، ریزساختار

نحوه ارجاع به این مقاله

شیخلو مهرداد، مشک آبادی رامین، کیوانی ثمرین شاهین، صباحی نمینی عباس، مشخصه یابی سرامیک نیتريد تیتانيم - پنج درصد وزنی تیتانيم و شبیه سازی رفتار مکانیکی آن بر اساس آنالیز نانوفرورنده، مهندسی مکانیک مدرس. ۴۲-۲۷: ۲۷(۰۱): ۱۴۰۴

*پست الکترونیکی نویسنده عهده دار مکاتبات: sheikhlou@uma.ac.ir

*شناسه ارکید نویسنده عهده دار مکاتبات: 0000-0002-6016-0909



۱- مقدمه

سرامیک های فوق دما بالا (UHTCs)، گروهی از مواد با نقطه ذوب بالای ۳۰۰۰ درجه سانتی گراد هستند که در طول دو دهه گذشته مورد توجه صنایع مدرن قرار گرفته اند [۷-۱]. این مواد شامل بوراید ها، نیترید ها و کاربید های فلزات واسطه (Ti و Zr, Ta, Hf) هستند که در حال حاضر به عنوان مواد کلیدی در کاربردهای مقاوم در برابر حرارت، اکسیداسیون و سایش، به عنوان مثال، اجزای هوافضا و پوشش های نسوز مورد استفاده قرار می گیرند [۸-۱۰]. نیترید تیتانیم (TiN) نیز یک ماده سرامیکی مهم با پیوندهای کووالانسی است که به دلیل رسانایی حرارتی و الکتریکی بالا، نقطه ذوب بالا (حدود ۳۲۰۰ کلوین)، ضریب اصطکاک پایین، پایداری شیمیایی خوب و مقاومت در برابر خوردگی، به طور گسترده به عنوان یکی از مواد سرامیکی مهندسی فوق دما بالا شناخته می شود [۱-۲]. با این وجود، معایبی مانند تفجوش پذیری و چقرمگی شکست پایین، کاربردهای صنعتی بالقوه این مواد را به چالش می کشد [۱۱-۱۲]. نیترید تیتانیم خالص تفجوشی شده به دلیل شکنندگی و استحکام مکانیکی پایین به ندرت مورد استفاده قرار می گیرد. ساخت سرامیک های بر پایه نیترید تیتانیم حاوی افزودنی های فلزی (سرمت) [۱۳-۱۵]، روشی مؤثر برای حل مشکل در ساخت این قطعات با دمای نسبتاً پایین و دستیابی به خواص مکانیکی بهینه است. اخیراً پروژه های تحقیقاتی زیادی به منظور غلبه بر چالش های ذکر شده اختصاص داده شده است که منجر به ارائه نتایج درخشانی گشته است. در همین راستا، رویکردهای مختلفی توسط محققان دنبال می شود که می توانند موجب بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی این نوع سرامیک ها گردند. یکی از این روش ها، تقویت این مواد سرامیکی با فازهای ثانویه است که تأثیر فراوانی در افزایش خواص مکانیکی و بهبود رفتار اکسیداسیون سرامیک های دما بالا دارد. به منظور بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی نمونه های بر پایه نیترید تیتانیم، افزودنی های مختلفی مانند اکسیدها (Al₂O₃, SiO_x)، فلزات (Mo, Ni)، نیتریدها (hBN, Si₃N₄ و AlN)، بوراید ها (TiB₂، ZrB₂)، کاربیدها (SiC, B₄C, TiC, WC) و سیلیساید ها (TiSi₂, MoSi₂) استفاده می شوند [۱۶-۲۱].

سرمت ها معمولاً از فاز سرامیکی (فاز سخت همچون نیترید تیتانیم و...) به عنوان ماده پایه و فاز فلزی (همچون تیتانیم، نیکل، کبالت و...) که فاز سرامیکی زمینه را به هم متصل می کند و به چقرمگی و انعطاف پذیری کمک می کند، تشکیل می شوند. با این حال، نیترید تیتانیم قابلیت ترشوندگی ضعیفی با فلزات خالص نشان می دهد [۱۶] که این عامل معمولاً از متراکم شدن کامل سرمت های بر پایه نیترید تیتانیم با روش های تفجوشی مرسوم مانع می کند [۱۷]. برای این منظور، محققان برای تولید کامپوزیت های بر پایه نیترید تیتانیم کاملاً متراکم تلاش می کنند.

جهت دستیابی به این هدف، چندین روش از جمله تفجوشی جریان الکتریکی پالسی (PECS)، پرس گرم (HP)، پرس ایزواستاتیک گرم (HIP)، تفجوشی بدون فشار (PLS) و نفوذ نیتروژن به تیتانیم از طریق زمان های طولانی نیتریداسیون وجود دارند. وانگ و همکارانش [۲۲] نمونه های بر پایه ی نیترید تیتانیم با چگالی نسبی تقریباً ۹۸ درصد را گزارش کرده اند که از پودرهایی با اندازه ذرات ۱۹ نانومتر و تفجوشی شده در دمای ۱۳۸۰ درجه سانتی گراد با استفاده از روش های تفجوشی جریان الکتریکی پالسی به دست آمده اند. یکی از روش های تفجوشی مورد استقبال محققان تفجوشی پلاسمای جرقه ای (SPS) است. SPS به واسطه انجام فرآیند تفجوشی در دماهای پایین تر و زمان ماندگاری کوتاه تر به عنوان یک روش امیدوارکننده جهت جلوگیری از رشد غیر طبیعی دانه شناخته می شود. به طور کلی، چندین مکانیسم می تواند در طول فرآیند SPS رخ دهد. در مرحله اول فرآیند SPS، ذوب، تبخیر و یونیزاسیون ذرات پودر و اکسیدهای سطحی به دلیل تشکیل موضعی دمای بالا ناشی از عبور جریان از نقاط تماس ذرات رخ می دهد [۲۳-۲۴]. از این رو، پلاسمای قوس های الکتریکی بین ذرات تشکیل می شوند که انتقال جرم را تسهیل می کنند و گلوئی شدن (Neck formation) رخ می دهد. علاوه بر این، افزایش دما منجر به وقوع تفجوشی در فاز مایع می گردد که به عنوان یک مکانیسم متراکم سازی شناخته می شود. در واقع مکانیسم تفجوشی در فاز مایع، انتقال جرم و بازآرایی ذرات را تسریع می کند. علاوه بر این، افزودن ذرات فلزی به زمینه سرامیکی می تواند موجب انجام مکانیسم تفجوشی در فاز مایع شود. در مرحله دوم فرآیند SPS، مکانیسم های نفوذ و تغییر شکل پلاستیک با افزایش دما فعال می شوند که منجر به کاهش تعداد حفرات ریز شده و به عنوان مکانیسم های اصلی چگالش عمل می کنند [۲۵-۲۷]. طبق تحقیقات، روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای جهت به دست آوردن کامپوزیت های تفجوشی شده با چگالی نسبی بالا و به حداقل رساندن رشد دانه در ساختار آن ها استفاده می شود. طبق نتایج به دست آمده، کاوانو و همکارانش [۲۸] از روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای برای ساخت کامپوزیت بر پایه نیترید تیتانیم با چگالی نسبی بیش از ۹۸ درصد استفاده کرده اند. تولید ترکیبات Ti-Al-N به دلیل ویژگی های عالی خود، توجه بسیاری از مطالعات را به خود جلب کرده است [۲۹-۳۰]. کامپوزیت Ti₂AlN یکی از مواد ذکر شده است که هم خواص فلزی و هم خواص سرامیکی را نشان می دهد. ویژگی های فلزی آن شامل رسانایی حرارتی و الکتریکی عالی، قابلیت ماشینکاری خوب در دمای اتاق و مدول الاستیک و مدول برشی بالا است. در همین حال، خواص سرامیکی آن شامل استحکام فشاری بالا، مقاومت در برابر اکسیداسیون عالی، نقطه ذوب بالا و پایداری حرارتی قابل توجه است؛ بنابراین، تحقیقات گسترده ای برای تولید Ti₂AlN انجام شده است. در آزمایشی که توسط سان دانگلی و

همکارانش انجام شد [۳۱]، از پودرهای Ti، Al و TiN برای ساخت Ti_2AlN با استفاده از روش پرس گرم استفاده شد. سختی و مدول الاستیک کامپوزیت‌های Ti_2AlN با افزایش کسر حجمی فاز Ti_2AlN به طور قابل توجهی بهبود یافت.

برای پیش‌بینی قابلیت اطمینان و رفتار شکست مواد و نیز پیش‌بینی تغییر شکل پلاستیک نمونه، بررسی خواص غیرخطی ویسکوالاستیک-پلاستیک با استفاده از آزمون نانوفرورونده (Nanoindentation) ضروری است. بررسی خواص مکانیکی نمونه‌های سرامیکی، یکی از چالش‌های اصلی در ارزیابی قابلیت عملکرد این مواد محسوب می‌شود. آزمون نانوفرورونده یکی از بهترین روش‌ها برای تعیین سختی، مدول الاستیک، منحنی تنش-کرنش و دیگر خواص مکانیکی مرتبط در مقیاس میکرو و نانو است که اهمیت آن در مطالعات زیادی نشان داده شده است. امروزه در تجهیزات آزمون نانوفرورونده عمدتاً از روش پردازش داده برای محاسبه سختی و مدول الاستیک نمونه بر اساس شیب اولیه منحنی‌های بارگذاری و باربرداری استفاده می‌شود [۳۲-۳۴]. برای ارزیابی خواص مکانیکی مواد سرامیکی با روش نانوفرورونده، معمولاً از میکروسکوپ نیروی اتمی با نیروی اعمالی ۵ الی ۵۰۰ میلی‌نیوتن استفاده می‌شود. استفاده از روش‌های آزمایش نانوفرورونده نه تنها برای اندازه‌گیری مدول الاستیک و سختی ماده، بلکه برای ارزیابی چقرمگی شکست و رفتار ساختاری آن نیز قابل استفاده است [۳۵]. به طوری که در آنالیز نانوفرورونده، مقدار تغییرات سطح زیر منحنی بار اعمالی بر حسب عمق نفوذ فرورونده (نیرو بر حسب جابجایی فرورونده) بررسی می‌گردد و به عنوان یک روش استاندارد و خاص برای شناسایی خواص مکانیکی مواد سرامیکی، از جمله سختی و مدول الاستیسیته استفاده می‌شود [۳۶].

در سال‌های اخیر محققان زیادی از آزمون نانوفرورونده برای ارزیابی خواص سرامیک‌های مهندسی استفاده کرده‌اند. یانگ و همکاران [۳۷] از آزمایش نانوفرورونده برای اندازه‌گیری سختی و مدول الاستیک کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی استفاده کرده‌اند. برای مطالعه بیشتر خواص الاستیک-پلاستیک نمونه‌ها، آن‌ها روشی مبتنی بر شبکه عصبی پس‌انتشار را به کار بردند که این روش را بر اساس رابطه بین بار و عمق به‌دست‌آمده از آزمایش نانوفرورونده (Nanoindenter) و شبیه‌سازی المان محدود در نرم‌افزار آباکوس (Abaqus) اجرا کردند. در تحقیقی دیگر، وانگ و همکاران [۳۸]، با استفاده از آزمون نانوفرورونده رابطه تنش-کرنش فشاری سرامیک $Gd_2Zr_2O_7$ تولید شده با استفاده از فرایند تفجوشی فشار بالا تحت فشار اعمالی ۵ گیگاپاسکال و دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد را استخراج کردند. آن‌ها نشان دادند که تغییر شکل پلاستیک ناشی از لغزش نابجایی‌ها نبوده است، بلکه توسط لغزش مرز دانه‌ها کنترل می‌شود. آموروس و همکاران [۳۹]، ضمن ارزیابی خواص مکانیکی با استفاده از آزمون نانوفرورونده، به

مطالعه تأثیر درصد وزنی زیرکونیا (Zirconia یا ZrO_2) و دمای تفجوشی بر سختی و مدول فرورفتگی کامپوزیت‌های زیرکونیا-شیشه پرداختند. آن‌ها ارتباط خواص مکانیکی نمونه‌های تفجوشی شده را به مهم‌ترین ویژگی‌های ریزساختاری کامپوزیت‌ها، مانند درصد تخلخل، کسر حجمی زیرکونیا، کسر حجمی شیشه و میانگین اندازه دانه‌های زیرکونیا مورد ارزیابی قرار دادند و تأثیر این ویژگی‌های ریزساختاری بر سختی و مدول فرورفتگی کامپوزیت را با استخراج یک معادله ساختاری بیان نمودند. جی و همکاران [۴۰]، با استفاده از آزمایش‌های نانوفرورونده و نانوخراش، تأثیر دمای تفجوشی (۸۰۰-۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) را بر خواص مکانیکی سرامیک‌های زیرکونیایی بررسی کردند. نتایج به‌دست‌آمده نشان دادند که دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد آستانه گذار برای ریزساختار سرامیکی است که منجر به خواص مکانیکی و پاسخ‌های فرورفتگی کاملاً متفاوت برای مواد تفجوشی شده در دماهای پایین‌تر یا بالاتر از مقدار آستانه می‌شود. جین و همکاران [۴۱]، خواص مکانیکی سرامیک‌های ZrB_2-SiC را با استفاده از روش نانوفرورونده تحت شش نرخ کرنش مختلف بررسی نمودند. اثرات نرخ کرنش بر مدول الاستیک، سختی و خزش مورد بحث قرار گرفت و نتایج نشان دادند که می‌توان از تأثیر نرخ کرنش بر مدول الاستیک صرف‌نظر کرد. سختی با افزایش نرخ کرنش افزایش می‌یابد و این روند افزایشی به تدریج کاهش می‌یابد. رومینی و همکاران [۴۲]، ویژگی‌های مکانیکی و ضد سایش کامپوزیت‌های $Ti-6Ni-xTiCN$ تولید شده با روش تفجوشی پلاسما جرقه‌ای را با استفاده از روش نانوفرورونده بررسی کردند. نتایج نشان داد که سختی (H)، مدول الاستیک (E) و شاخص بازیابی الاستیک (W_e/W_t) نمونه‌های مورد بررسی با افزایش مقدار تقویت‌کننده افزایش می‌یابد. با توجه به نتایج، خواص نانومکانیکی و ضد سایش نمونه‌های مورد مطالعه، به مقدار بار فرورفتگی اعمال شده نیز بستگی دارد. شناغی و همکاران [۴۳] رفتار نانومکانیکی و توزیع تنش فشاری و کششی نمونه‌های $NiTi$ اصلاح‌شده با کاشت یونی غوطه‌وری پلاسما را توسط میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)، آزمایش نانوفرورونده و شبیه‌سازی روش المان محدود (FEM) تجزیه و تحلیل کردند. شبیه‌سازی FEM نشان داد که تغییر شکل الاستیک و پلاستیک مشابه آنچه به صورت تجربی مشاهده می‌شود، از افزایش استحکام و تغییرات در فازهای سطحی تحت تأثیر C-PIII ناشی می‌شود. مدول الاستیک و سختی بالاتر نمونه C-PIII، عمق نفوذ و کرنش پلاستیک را در طول فرایند نانوفرورونده کاهش می‌دهد و در نتیجه، تنش پسماند فشاری را تا ۴۶ درصد (از ۶۱۹ به ۳۱۳ مگاپاسکال) در نوک فرورونده کاهش می‌دهد. یاو و همکاران [۴۴]، یک مدل المان محدود دوبعدی را برای انجام شبیه‌سازی‌های آزمایش‌های نانوفرورونده درجا بر روی استخوان قشری انسان پیشنهاد و اعتبارسنجی کردند. یک مدل المان

بین قالب و پودرها پوشانده شده بود. فرایند تف جوشی با استفاده از دستگاه تف جوشی پلاسمای جرقه ای (SPS-20T-10، چین) در اتمسفر خلأ، تحت فشار ۵۰ مگاپاسکال، در ۱۹۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۷ دقیقه انجام گرفت. برای خارج سازی قالب اجازه داده شد تا دمای اتاق سرد شود که نهایتاً پس از خارج سازی نمونه به تکه های مورد نیاز برش داده شد. آماده سازی نمونه ها با استفاده از فرایند سنباده زنی و پولیش کاری جهت انجام آزمون های ریزساختاری، مکانیکی و فیزیکی انجام شد.

۲-۲- مشخصه یابی فیزیکی و مکانیکی

بررسی فازی نمونه ی تف جوشی شده با استفاده از دستگاه پراش سنج اشعه ایکس (Philips, XRD: PW3710 X, Cu-K α) در محدوده ی زاویه پراش (۲ θ) بین ۲۰ تا ۹۰ درجه صورت گرفت. همچنین، مطالعات ریزساختاری و عنصری از سطح پولیش و شکست نمونه با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (TESCAN, FESEM: S8000) مجهز به طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS: DXP-X10P) انجام شد. استحکام خمشی نمونه به وسیله آزمون خمش سه نقطه ای از طریق دستگاه یونیورسال (STM-250) اندازه گیری شد. به منظور ارزیابی سختی نمونه ی تف جوشی شده از یک دستگاه میکروسختی سنج ویکرز (ESEWAYT) استفاده شد. مقدار چقرمگی شکست (K_{IC}) نیز به وسیله اندازه گیری ترک های ایجاد شده از آزمون سختی سنجی و با استفاده از معادله ای Anstis (۱) [۴۶] محاسبه گردید:

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \left(\frac{F}{L^{1.5}} \right) \quad (1)$$

که در آن F نیروی اعمالی فرو رنده، C نصف طول ترک ایجاد شده توسط اثر سختی و E و H به ترتیب مدول الاستیک و سختی ویکرز نمونه مورد بررسی را نشان می دهند. مدول الاستیک و نانو سختی توسط آزمون نانو فرورونده با استفاده از یک فرو رنده ی الماسی هرمی شکل (Agilent, Berkovich, G200) تعیین گردید. آزمون نانو فرورونده در سه نرخ بارگذاری ۰/۲، ۰/۴ و ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه و زمان نگهداری ۲ ثانیه با حداکثر بار اعمالی ۸۰۰۰ میکرونیوتن و حداقل ۱۵ اثر سختی برای هر فاز موجود در نمونه تف جوشی شده انجام گرفت. در نهایت، مقادیر سختی برای هر اثر سختی از طریق تکنیک الیور-فار (معادله (۲)) [۴۷] محاسبه گردید. در معادله (۲)، P_{max} و A_c به ترتیب نشان دهنده سختی، حداکثر بار و مساحت اثر سختی هستند. h_c به عنوان عمق تماس در معادله (۳) در نظر گرفته و از معادله (۴) استخراج می شود.

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (2)$$

$$A_c = f(h_c) = (24.56 \times h_c^2) + (0.562 \times h_c) + 0.003216 \quad (3)$$

$$h_c = h_t - \frac{\epsilon}{S} \times P_{max} \quad (4)$$

محدود چندمقیاسی با تطبیق یک مدل قبلی از تیغه های استخوانی توسعه داده شد. آزمایش های نانو فرورونده با استفاده از این مدل شبیه سازی شدند و پیش بینی های حاصل با داده های تجربی آزمایش نانو فرورونده مقایسه شدند تا دقت مدل تأیید شود. مدل المان محدود نتایج نانو فرورونده را به طور دقیق پیش بینی کرد و مشخص شد که داده های به دست آمده با نتایج به دست آمده از آزمایش های نانو فرورونده AFM مطابقت نزدیکی دارد. لی و همکاران [۴۵]، مطالعه ای در مورد آنالیز نانو فرورونده لایه های نازک از طریق آزمایش فرورفتگی ابزار دقیق و شبیه سازی عددی برای تعیین رفتار ساختاری آن ارائه نمودند. آن ها با ترکیب تحقیقات تجربی و شبیه سازی المان محدود، امکان اعمال معادله ساختاری اوین-کوک را برای لایه های نازک PMMA ویسکو-الاستیک-پلاستیک غیرخطی بررسی کردند. نتایج تحلیل اجزای محدود نشان داد که منحنی های بار-جابجایی به دست آمده به صورت تجربی را می توان با استفاده از مدل ساختاری اوین-کوک با دقت قابل قبولی بازتولید کرد [۴۵].

در این مطالعه، تأثیر افزودن تیتانیم بر مشخصات ریزساختاری، خواص مکانیکی و فیزیکی سرامیک های بر پایه نیترید تیتانیم بررسی شده است. تف جوشی نمونه با استفاده از روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی گراد، تحت فشار اعمالی ۵۰ مگاپاسکال به مدت ۷ دقیقه انجام گرفت. آزمون های ازشمیدس، میکروسختی ویکرز، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) و پراش پرتو ایکس (XRD) بر روی نمونه های تف جوشی شده جهت مطالعه ویژگی های فیزیکی، مکانیکی و ریزساختاری انجام شد. همچنین، رفتار الاستیک - پلاستیک نمونه ی سرامیکی TiN-5wt%Ti که در آزمون نانو فرورونده تحت بارهای اعمالی ۰/۲، ۰/۴ و ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه ثبت شده است با استفاده از نرم افزار Abaqus بر طبق یک مدل سه بعدی بررسی شد و در نهایت میزان تطابق نتایج شبیه سازی با نتایج تجربی حاصل از آنالیز نانو فرورونده مورد ارزیابی قرار گرفت.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- آماده سازی مواد

در این آزمایش، از پودرهای نیترید تیتانیم و تیتانیم به ترتیب به عنوان مواد زمینه و افزودنی استفاده شد. پودرها به نسبت های مشخص جهت دستیابی به ترکیب TiN-5wt%Ti با استفاده از ترازوی دیجیتالی دقیق وزن شدند. عملیات پراکنده سازی مخلوط پودری جهت جلوگیری از آگلومره شدن با استفاده از دستگاه التراسونیک در محلول اتانول به مدت ۶۰ دقیقه انجام گرفت و سپس با استفاده از یک آون به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد خشک شد. مخلوط پودری خشک شده در قالبی به قطر ۳۰ میلی متر ریخته شد، قابل ذکر است که دیواره داخلی قالب با نیترید بور و فویل گرافیتی جهت جلوگیری از واکنش های احتمالی

می‌افتد که تنش معادل به استحکام تسلیم ماده برسد. تنش معادل از رابطه‌ی (۱۰) به دست می‌آید:

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2}{2}} \quad (10)$$

که در آن $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ تنش‌های اصلی در هر گره می‌باشند. در این مطالعه، برای مدل‌سازی رفتار برگشت‌ناپذیر موضعی تحت بارگذاری نانو فرورونده از معیار تسلیم ون میز به صورت یک شبه‌پدیداری

تقریب (phenomenological surrogate) استفاده شده است. لازم به تأکید است که این انتخاب لزوماً نشان‌دهنده‌ی وجود تسلیم پلاستیک کلاسیک در ماده‌ی سرامیکی در دمای محیط نیست؛ بلکه معیار ون میز به عنوان یک چارچوب عددی ساده و پایدار برای نشان دادن تجمع تغییر شکل‌های برگشت‌ناپذیر (مانند چگالش موضعی، تغییر فاز یا اختلالات ساختاری موضعی) به کار رفته است که در آزمایش‌های نانو فرورونده به صورت کاهش عمق بازگشتی یا تغییر در منحنی بار-جابجایی مشاهده می‌شوند. فرورونده به عنوان جسم صلب جامد (solid discrete rigid) و نمونه به عنوان جسم جامد تغییر شکل‌پذیر (solid deformable part) مدل‌سازی شده است. قید تماس بین فرورونده و سطح بالایی نمونه به صورت تماس سطح به سطح تعریف شده است. فرورونده به عنوان سطح اصلی و نمونه به عنوان سطح تحت بار انتخاب شده‌اند، زیرا فقط سطح اصلی می‌تواند در سطح تحت بار نفوذ کند. جهت تماس از سطح فرورونده به سمت نمونه در نظر گرفته شده است. از روش Finite-sliding tracking برای شبیه‌سازی تماسی استفاده شده است. ضریب اصطکاک تماس به دلیل تأثیر ناچیز آن بر نتیجه، صفر فرض شده است [53]. برای سطح پایینی نمونه، سطوح تقارن و فرورونده به ترتیب شرایط مرزی تنظیم شده (ENCSTRE; $U_1 = U_2 = U_3 = UR_1 = UR_2 = UR_3 = 0$)، شرط مرزی تقارن و شرط حرکت افقی محدود در نقطه مرجع در نظر گرفته شده است. فرض شده که بارگذاری نانو فرورونده به صورت شبه استاتیکی است. یک مرحله از نوع static general برای شبیه‌سازی نانو فرورونده استفاده شده است. در طول بارگذاری، مخروط صلب در راستای محور y به سمت پایین حرکت می‌کند و تا عمق حداکثر در نمونه نفوذ می‌کند، در مرحله نگهداری بار اعمالی، نیروی وارد شده بر فرورونده ثابت باقی می‌ماند و در مرحله باربرداری، نیروی وارد شده بر فرورونده به مقدار صفر بر می‌گردد. برای اعمال جابجایی به فرورونده در جهت y از روش کنترل بار استفاده شده است. برای مش بندی فرورونده از المان‌های صلب چهار گرهی R3D4 (four node rigid elements) و برای نمونه مورد مطالعه از المان‌های هشت گرهی C3D8 (eight node elements) استفاده شده است. ناحیه فرورفتگی در مقایسه با اندازه نمونه و اندازه فرورونده بسیار کوچک است. برای شبیه‌سازی دقیق تغییر شکل این ناحیه، تراکم بالاتری از مش‌ها با مش بسیار ریز در زیر ناحیه تماس فرورونده مورد نیاز است. اندازه المان‌ها به تدریج به سمت انتهای دیگر مدل نمونه با ایجاد پارتیشن روی نمونه و انتخاب اندازه مش به صورت جداگانه با استفاده از تقسیم‌بندی لبه (seed edge) افزایش می‌یابد. الگوی مش بندی مورد استفاده برای تحلیل المان محدود در شکل ۱ نشان داده شده است.

همچنین، h_{ϵ} و S به ترتیب مقدار ثابت برای فرورونده (۰/۷۵)، جابجایی فرورونده در حداکثر بار اعمالی و سفتی را در معادله (۴) نشان می‌دهند. محاسبه مقادیر مدول الاستیک و سفتی نیز از طریق معادلات (۵) و (۶) انجام گرفت [۴۷].

$$S = \frac{dp}{dh} = \delta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_m \sqrt{A_c} \quad (5)$$

$$\frac{1}{E_m} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \quad (6)$$

که در آن $E_s, E_f, E_m, \nu_s, \nu_f$ به ترتیب نشان دهنده نسبت پواسون فرورونده، نسبت پواسون نمونه، مدول الاستیک میانگین، مدول الاستیک اصلاح شده فرورونده و نمونه هستند که δ یک ثابت (۱/۰۳۴) است و به هندسه فرورونده وابستگی دارد.

۳-۲- شبیه‌سازی - آنالیز نانو فرورونده

در این تحقیق، نرم‌افزار تجاری المان محدود آباکوس برای مدل‌سازی آزمون نانو فرورونده بر روی نمونه TiN-5wt%Ti به کار گرفته شد. یک مدل سه بعدی برای شبیه‌سازی رفتار الاستیک-پلاستیک ماده در آزمون نانو فرورونده مورد استفاده قرار گرفت. مدل‌سازی نمونه به صورت یک چهارم ناحیه استوانه‌ای به ارتفاع ۱۵ میکرومتر و شعاع ۲۵ میکرومتر انجام شد. برای اجتناب از اثرات اندازه نمونه و اثرات مرزی، همه ابعاد استفاده شده برای نمونه بزرگ‌تر از ده برابر حداکثر عمق فرورفتگی در نظر گرفته شده است [۴۸]. در این مدل متقارن محوری، یک فرورونده‌ی صلب مخروطی شکل با نصف زاویه‌ی ۷۰/۳ درجه استفاده شد، زیرا تابع نسبت سطح تصویر شده به عمق آن با فرورونده‌ی برکویچ یکسان است [۴۹] و نقطه مرجع (RP) بر روی نوک آن در نظر گرفته شده است. سرامیک به عنوان یک ماده الاستو-پلاستیک همسانگرد مدل‌سازی شده است و رابطه غیرخطی تنش- کرنش برای ماده الاستو-پلاستیک به فرم کلی معادله ساختاری نمایی رابطه (۷) در نظر گرفته شده است:

$$\begin{aligned} \sigma &= E\epsilon & \sigma < \sigma_0 \\ \sigma &= K\epsilon^n & \sigma > \sigma_0 \end{aligned} \quad (7)$$

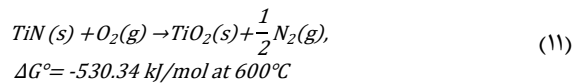
که در آن σ_0 تنش تسلیم، K ضریب کرنش سختی و n توان کرنش سختی می‌باشند. مقادیر K و n از روابط (۲) و (۳) به دست می‌آیند [۵۰].

$$K = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0^n} \quad (8)$$

$$n = \ln\left(\frac{\sigma_u}{\sigma_0}\right) / \ln\left(\frac{\epsilon_u}{\epsilon_0}\right) \quad (9)$$

که در آن ϵ_u کرنش نهایی، ϵ_0 کرنش تسلیم، σ_u تنش نهایی هستند. تنش تسلیم σ_0 ، ضریب پواسون ν و توان کرنش سختی n برای سرامیک TiN-5wt%Ti به ترتیب برابر با ۷/۴۴۱، گینگاپاسکال، ۰/۲۵ و ۰/۴۲ در نظر گرفته شده‌اند [۵۱]. لیچینی [۵۲] نشان داده است که تیزی نوک فرورونده تأثیر زیادی بر روی نتایج آزمون نانو فرورونده دارد، بنابراین شعاع نوک فرورونده برابر با ۱۰۰ نانومتر در نظر گرفته شده است. معیار تسلیم ون میز (von Mises) فرض می‌کند که تغییر شکل پلاستیک زمانی اتفاق

تف جوشی و درصد تخلخل بالا در ریزساختار نهایی می توانند موارد اثرگذار برای ایجاد تغییرات در مقدار سختی باشند. بر اساس بررسی های ترمودینامیکی، افزایش درصد تخلخل همچنین می تواند به دلیل تشکیل فاز گازی N_2 به واسطه واکنش حرارتی و تجزیه TiN/O_2 (معادله ۱۱) حین فرایند تف جوشی باشد که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست (شکل ۲ و ۴) نشان داده شده است.

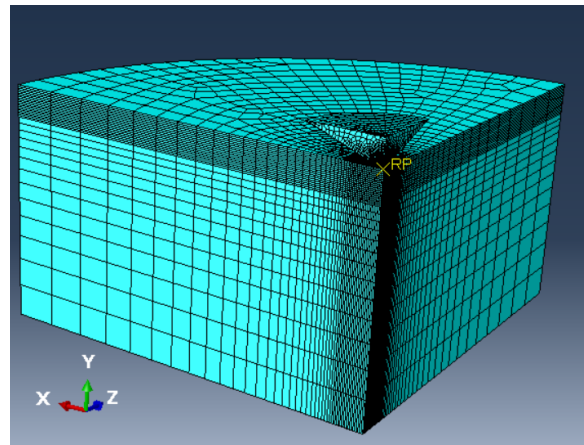


با توجه به نتایج حاصل از آزمون های مکانیکی، استحکام خمشی و چقرمگی شکست میانگین نمونه $TiN-5wt\%Ti$ تف جوشی شده به ترتیب ۷۷۹ مگاپاسکال و $6/05 \text{ MPa.m}^{1/2}$ اندازه گیری شدند. به طور کلی، چقرمگی شکست یک ماده پایه سرامیکی تحت تأثیر نیروی محرک رشد ترک است، یعنی با کاهش این نیرو می توان چقرمگی شکست را افزایش داد. مکانیسم های چقرمه شدن همچون پل زدن ترک، کند شدن نوک ترک، انحراف ترک و شاخه ای شدن ترک با کاهش نیرو محرک رشد ترک، رویکردهایی جهت بهبود چقرمگی شکست هستند [۴۹-۵۰]. در واقع یافتن مسیری با کمترین انرژی روشی برای رشد ترک است، بنابراین چقرمگی شکست را می توان با فعال سازی مکانیسم انحراف ترک به واسطه افزودن تقویت کننده ها بهبود بخشید که در شکل ۲ نیز به وضوح قابل مشاهده است. وجود تخلخل در مقادیر خاص دلیل دیگری است که با فعال سازی مکانیسم کند شدن نوک ترک چقرمگی را افزایش می دهد.

۳-۳- مطالعات فازی و ریزساختاری

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه $TiN-5wt\%Ti$ تف جوشی شده در شکل ۳ نشان داده شده است. عدم وجود هیچ پیکی مربوط به Ti را می توان به احتمال حل شدن آن در ذرات زمینه و نهایتاً وجود مقدار کم باقی مانده از آن که با دقت دستگاه قابل تشخیص نیست، نسبت داد. واکنش ذرات با اکسیژن باقی مانده از پودرهای اولیه حین تف جوشی منجر به تشکیل فاز Ti_2O_3 با صفحه (۰۱۱) در ریزساختار نهایی شده است که در شکل ۳ و زاویه پراش (۲۰) $39/92^\circ$ درجه قابل مشاهده است.

شکل های ۲ و ۴ نشان دهنده تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطوح پولیش شده و شکست نمونه $TiN-5wt\%Ti$ تف جوشی شده هستند. همان طور که در شکل ۴ نشان داده شده است، نواحی خاکستری روشن، خاکستری تیره و سفید به ترتیب مربوط به فازهای نیترید تیتانیم، اکسید تیتانیم و تیتانیم خالص هستند. یکی از دلایل تشکیل فاز درجا اکسید تیتانیم در امتداد دانه های TiN ، انحلال و رسوب مجدد تیتانیم در مراحل ذوب، تبخیر و چگالش و نهایتاً نفوذ اکسیژن به داخل Ti است که ارزیابی ترمودینامیکی نیز وقوع اکسیداسیون تیتانیم فلزی توسط واکنش نشان داده شده در رابطه ۱۲ را تأیید می کند:



شکل ۱- مش بندی استفاده شده برای شبیه سازی المان محدود آزمون نانو فرورونده

Fig. 1 Mesh used for finite element simulation of the nanoindentation test

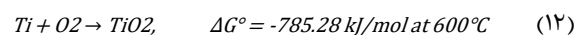
۳- نتایج و بحث

۳-۱- رفتار چگالش

بر اساس اطلاعات اولیه پودرها، پودرهای نیترید تیتانیم و تیتانیم به ترتیب دارای اندازه ذرات کوچک تر از ۲ میکرومتر (با خلوص بیش از ۹۸/۵ درصد) و کوچک تر از ۴۰ میکرومتر (با خلوص بیش از ۹۸ درصد) بوده است. چگالی نسبی نمونه تف جوشی شده با استفاده از آزمون ارشمیدس ۹۲/۵ درصد اندازه گیری شد که نشان از تأثیر کم افزودنی Ti در متراکم سازی سرامیک بر پایه TiN دارد. وجود چنین مقدار چگالی نسبی را می توان به تشکیل منافذ در ریزساختار نهایی به دلیل به دام افتادن گازهای داخلی آزاد شده توسط واکنش های احتمالی در طول تف جوشی نسبت داد. در ادامه، نشان داده خواهد شد که نیتروژن به واسطه تجزیه حرارتی فاز غیر استوکیومتری $Ti_{(1-x)}N$ به سمت ترکیبی استوکیومتری تر در دماهای بالاتر به عنوان یکی از گازهای آزاد شده عمل می کند، که نهایتاً موجب کاهش چگالی نسبی به دلیل تشکیل منافذ می شود. یکی دیگر از دلایل وجود تعداد زیاد منافذ را می توان عدم ترشوندگی کافی بین ذرات نیترید تیتانیم و نیترید تیتانیم اشاره کرد که در ادامه بحث خواهد شد.

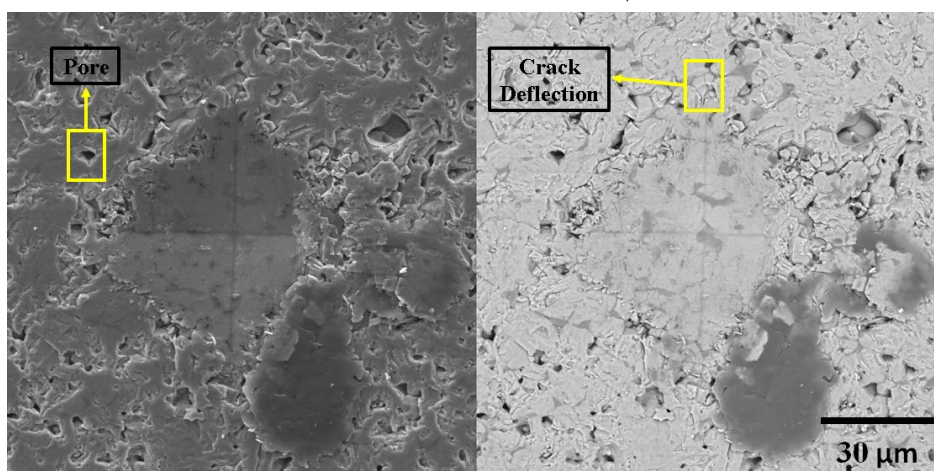
۳-۲- ارزیابی خواص مکانیکی

استحکام خمشی، چقرمگی شکست (K_{IC})، میکروسختی، مدول الاستیک و نانو سختی به منظور ارزیابی تأثیر افزودن ۵ درصد وزنی تیتانیم بر خواص مکانیکی سرامیک بر پایه نیترید تیتانیم اندازه گیری شدند. مقدار سختی میانگین $16/86$ گیگاپاسکال با استفاده از آزمون میکرو ویکرز گزارش گردید. به طور کلی، سختی تحت تأثیر موارد زیادی همچون درصد تخلخل، فازهای موجود، اندازه دانه و غیره است؛ بنابراین، وجود فازهای اکسید تیتانیم تشکیل شده به واسطه واکنش ذرات با اکسیژن باقی مانده حین



تیتانیم در ریزساختار است که منجر به مهار حرکت مرز دانه‌ها و به تأخیر انداختن رشد دانه شده است. همچنین، این واقعیت با اندازه دانه‌های نزدیک به ۲ میکرومتر در شکل ۴ تأیید می‌شود. با توجه به شکل ۴، نوع شکست در نمونه TiN-5wt%Ti شکست بین‌دانه‌ای است. در واقع، عدم ترشوندگی تیتانیم و اکسید تیتانیم با ذرات TiN و وجود درصد بالای حفرات در ریزساختار نهایی به عنوان دلایلی برای رخ داد شکست بین‌دانه‌ای تلقی می‌شود.

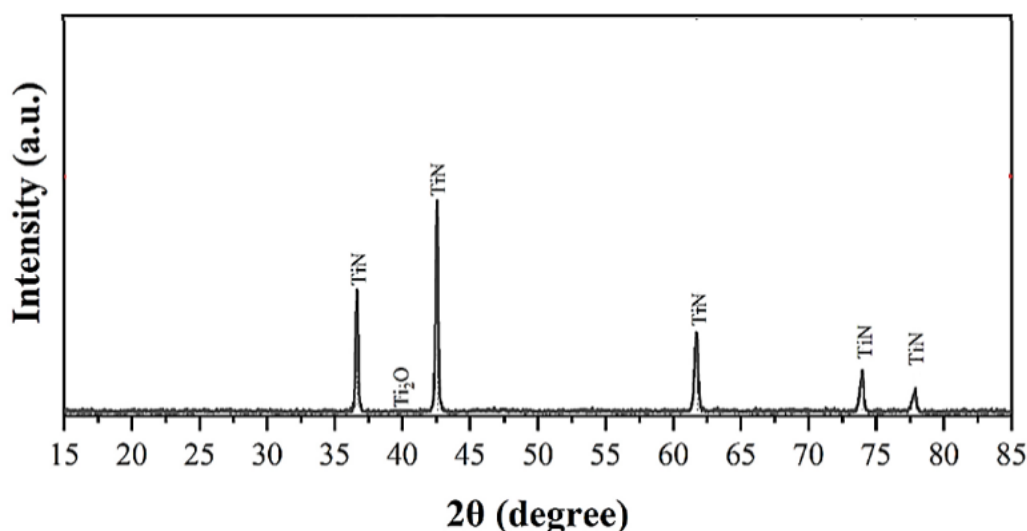
با وجود واکنش تیتانیم با اکسیژن و شکل‌گیری اکسید تیتانیم، مقداری از باقی‌مانده تیتانیم بدون واکنش در میان دانه‌های TiN قابل مشاهده است (شکل ۴). بر اساس مطالعات ترمودینامیکی، ذرات TiN با از دست دادن مقداری نیتروژن و واکنش با اکسیژن باقی‌مانده از پودرهای اولیه در طول فرایند تفجوشی منجر به رسوب فاز اکسید تیتانیم در مرز دانه شده است که انرژی آزاد استاندارد گیبس منفی آن نیز پایداری واکنش را نشان می‌دهد (معادله ۱۱). عدم رشد افراطی دانه‌های TiN حین فرایند تفجوشی دما بالا به دلیل وجود اکسید تیتانیم و افزودنی



شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشر میدانی از سطح پولیش نمونه TiN-5wt%Ti به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای که نشان‌دهنده‌ی اثر فرورونده

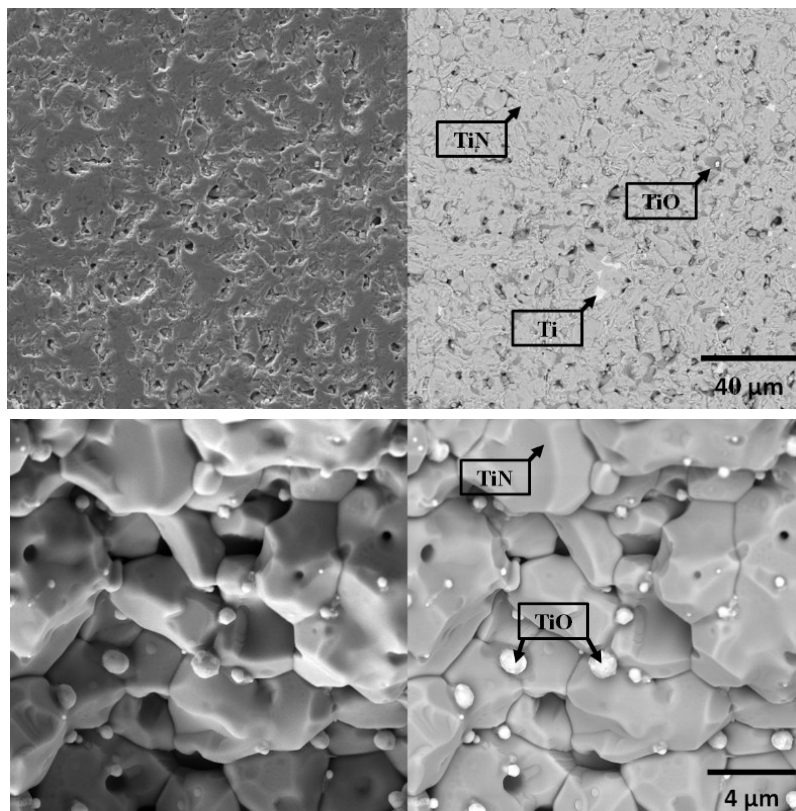
در نتیجه انجام آزمون میکرو ویکرز است

Fig. 2 Field emission scanning electron microscope images of the polished surface of a TiN-5wt%Ti sample produced by spark plasma sintering method, showing the indenter impact resulting from the micro-Vickers test



شکل ۳ نتیجه آزمون پراش پرتو ایکس بر روی سطح نمونه TiN-5wt%Ti تولید شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای

Fig. 3 X-ray diffraction test result on the surface of TiN-5wt%Ti sample produced by spark plasma sintering method



شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشر میدانی از سطح پولیش و سطح شکست نمونه TiN-5wt%Ti تولید شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای

Fig.4 Field emission scanning electron microscope images of the polished surface and fracture surface of the TiN-5wt%Ti sample produced by spark plasma sintering method

گردید، که حداکثر عمق نفوذ ۱۷۹، ۱۷۶ و ۱۵۲ نانومتر به ترتیب برای نرخ‌های بارگذاری ۰/۲، ۰/۴ و ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه ثبت شد. در واقع، وجود کمترین عمق نفوذ در نرخ بارگذاری ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه به اثر کار سختی با افزایش نرخ بارگذاری نسبت داده می‌شود. قسمت‌های پله‌ای شکل در منحنی‌های شکل‌های ۵ و ۶ قابل مشاهده است که به عنوان پدیده‌ی pop-in شناخته می‌شود. پدیده‌ی pop-in در اثر جوانه‌زنی تعداد زیادی نابجایی و تشکیل ترک در زیر و اطراف ناحیه فرورفتگی به وجود می‌آید. اولین رویدادهای pop-in با جوانه‌زنی نابجایی‌ها تشکیل می‌شوند، که به فعال‌سازی حرارتی (دما) و تنش اعمالی (نرخ بارگذاری) وابسته است. از آنجایی که شروع اولین رویدادهای pop-in در محدوده عمق نفوذ ۲۶ الی ۵۱ نانومتر متغیر در نرخ‌های بارگذاری مختلف قرار دارند، بنابراین می‌توان گفت که افزایش نرخ بارگذاری منجر به وقوع پدیده‌ی pop-in در عمق نفوذ و بارهای اعمالی کمتر می‌شود. همان‌طور که در شکل ۵ قابل مشاهده است، این واقعیت با وجود کمترین عمق نفوذ و تنش مورد نیاز برای تشکیل pop-in در نرخ بارگذاری ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه تأیید می‌شود.

۳-۴- تحلیل نتایج آزمایشگاهی آزمون نانوفرورونده

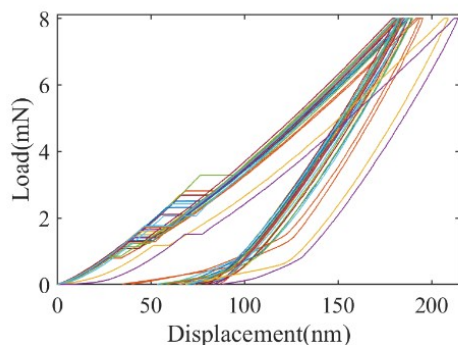
در این پژوهش، تأثیر افزودن ۵ درصد وزنی Ti بر سرامیک بر پایه نیترید تیتانیوم بر مقادیر مدول الاستیک کاهش‌یافته (E_r)، مدول الاستیک (E) و نانوسختی (H) تحت نرخ‌های بارگذاری ۰/۲، ۰/۴ و ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه با استفاده از آزمون نانوفرورونده بررسی شد. جدول ۱ مقادیر پارامترهای E ، E_r و H در نرخ‌های بارگذاری مختلف ارائه می‌دهد. بر اساس نتایج به دست آمده می‌توان مشاهده کرد که سختی و مدول الاستیک با افزایش نرخ بارگذاری افزایش پیدا کردند. افزایش ناحیه تغییر شکل زیر فرورونده به واسطه افزایش نرخ بارگذاری، با بالا رفتن تنش سیلان و مقاومت در برابر تغییر شکل پلاستیک در یک ناحیه تماسی کوچک همراه بوده است. این اتفاق به عنوان اثر کار سختی شناخته می‌شود، که منجر به افزایش سختی در نمونه می‌گردد. شکل ۵ نشان دهنده منحنی‌های بار اعمالی بر حسب عمق نفوذ حاصل از آزمون نانوفرورونده تحت نرخ‌های بارگذاری مختلف (بر اساس میانگین نتایج اندازه‌گیری و محاسبه شده) نمونه TiN-5wt%Ti تفجوشی شده است. به طور کلی، رفتار الاستیک-پلاستیک در هر سه نرخ بارگذاری طبق منحنی‌های حاصل مشاهده شد. حداکثر بار ۸۰۰۰ میکرونیوتن برای همه فرورفتگی‌ها در هر سه نرخ بارگذاری اعمال

جدول ۱ نتایج آنالیز نانوفرورونده تحت بارهای اعمالی مختلف بر روی

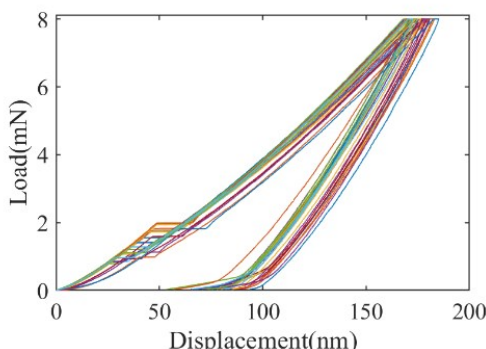
نمونه‌ی تفجوشی شده TiN-5wt%Ti

Table 1 Nano-indentation analysis results under different applied loads on the sintered TiN-5wt%Ti sample

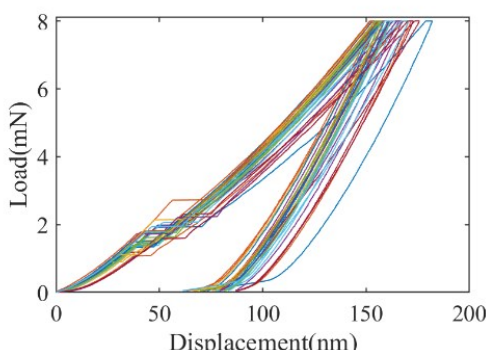
Loading rate(mN/s)			reduced Elastic modulus(GPa)
0.8	0.4	0.2	
186.748 ± 7.960	155.782 ± 4.517	133.265 ± 1.757	modified
203.004 ± 7.960	164.050 ± 4.517	137.220 ± 1.757	Hardness(GPa)
19.845 ± 1.285	17.238 ± 1.060	16.906 ± 0.775	



(الف) نرخ اعمال بار ۰/۲ میلی‌نیوتن بر ثانیه
(a) Loading rate 0.2 mN/s



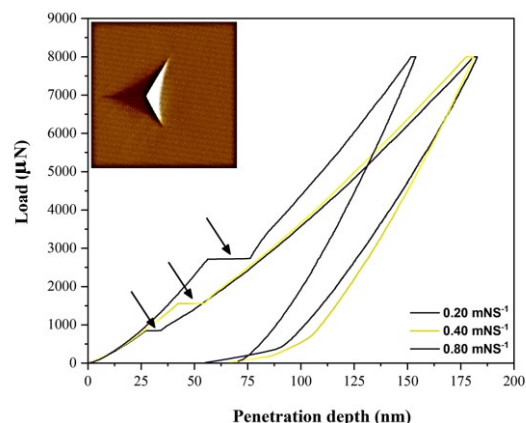
(ب) نرخ اعمال بار ۰/۴ میلی‌نیوتن بر ثانیه
(b) Loading rate 0.4 mN/s



(ج) نرخ اعمال بار ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه
(c) Loading rate 0.8 mN/s

شکل ۶ منحنی‌های بار اعمالی بر حسب عمق نفوذ حاصل از ۲۵ آزمون نانوفرورونده در هر نرخ بارگذاری ۰/۲ و ۰/۴ و ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه انجام شده بر روی نمونه‌ی تفجوشی شده TiN-5wt%Ti

Fig. 6 Applied load curves versus penetration depth from 25 nanoindentation tests at each loading rate of 0.2, 0.4, and 0.8 mN/s performed on a sintered TiN-5wt%Ti sample.



شکل ۵ منحنی‌های بار اعمالی بر حسب عمق نفوذ حاصل از آنالیز نانوفرورونده تحت نرخ‌های بارگذاری مختلف (بر اساس میانگین نتایج اندازه‌گیری و محاسبه شده) بر روی نمونه‌ی تفجوشی شده TiN-5wt%Ti

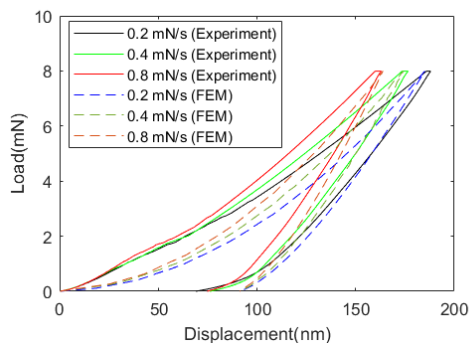
Fig. 5 Applied load curves versus penetration depth obtained from nanoindentation analysis under different loading rates (based on the average of measured and calculated results) on a sintered TiN-5wt%Ti sample

۳-۵ تحلیل نتایج شبیه‌سازی آزمون نانوفرورونده

در آزمون نانوفرورونده انجام شده بر روی سرامیک TiN-5wt%Ti نرخ بارگذاری و باربرداری با هم برابر در نظر گرفته شده بود و آزمایش برای سه نرخ بارگذاری مختلف ۰/۲ و ۰/۴ و ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه انجام شده بود که برای همه حالت‌ها، حداکثر بار اعمال شده و زمان استراحت (Holding time) به ترتیب برابر با ۸۰۰۰ میکرونیوتن و ۲ ثانیه بوده است و جهت دستیابی به نتایج قابل اعتماد، بیست و پنج نقطه مختلف مورد بررسی قرار گرفته است. بر اساس نتایج به دست آمده، منحنی‌های بار اعمالی بر حسب عمق نفوذ حاصل از ۲۵ آزمون نانوفرورونده در هر بار اعمالی ۰/۲ و ۰/۴ و ۰/۸ میلی‌نیوتن بر ثانیه انجام شده بر روی نمونه مورد بررسی در شکل ۶ آورده شده است.

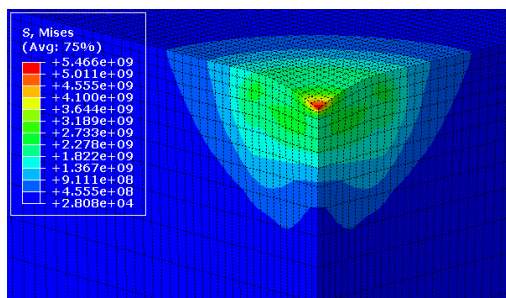
برای یافتن اندازه مناسب مش برای مدل، یک مطالعه همگرایی با کاهش اندازه المان‌ها در نزدیکی نوک نانوفرورونده انجام شد و نتایج با یکدیگر مقایسه شدند. برای دستیابی به نتایج دقیق‌تر، از المان ریزتر در نزدیکی نانوفرورونده استفاده شد. شکل ۷ نتایج مطالعه همگرایی را نشان می‌دهد، بنابراین ابعاد انتخاب شده المان در نزدیکی نوک نانوفرورونده ۰/۰۵ میکرومتر انتخاب شد. در شکل ۸ نیز منحنی بار اعمالی بر حسب جابجایی به دست آمده از

برسد) ناحیه ی کرنش پلاستیک نیز توسعه پیدا می کند. در طول مرحله ی باربرداری نیز تغییر شکل های الاستیک به تدریج از بین می روند و در نهایت، تغییر شکل پلاستیک پسماند باعث به وجود آمدن حفره حاصل از آزمون نانو فرورونده در هر نقطه شده و متعاقباً با افزایش نرخ اعمال بار، حجم ناحیه ای که حاوی تغییر شکل پلاستیک باقیمانده است بزرگ تر می شود.



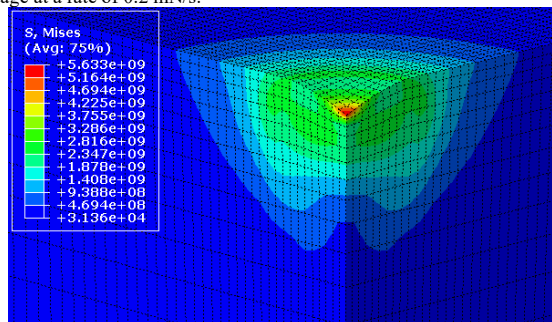
شکل ۸ منحنی بار اعمالی بر حسب جابجایی به دست آمده از شبیه سازی المان محدود (FEM) و آزمون آزمایشگاهی (Experimental) نانو فرورونده بر روی نمونه TiN-5wt%Ti برای نرخ های مختلف بارگذاری و باربرداری

Fig. 8 Applied load versus displacement curve obtained from finite element simulation (FEM) and experimental testing of nanoindenter on TiN-5wt%Ti sample for different loading and unloading rates



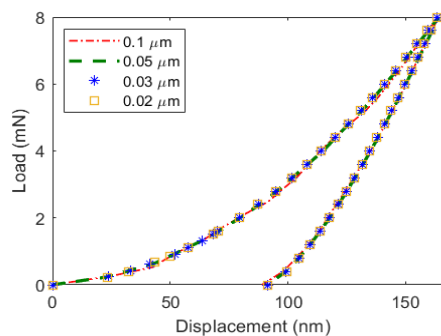
(ب) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۲ میلی نیوتن بر ثانیه

(b) Stress distribution Contour corresponding to the end of unloading stage at a rate of 0.2 mN/s.



(د) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۴ میلی نیوتن بر ثانیه

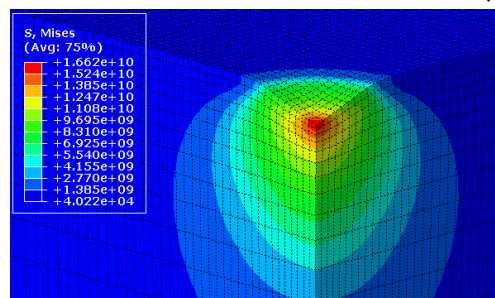
(d) Stress distribution Contour corresponding to the end of unloading stage at a rate of 0.4 mN/s.



شکل ۷ آنالیز حساسیت نتایج به اندازه المان.

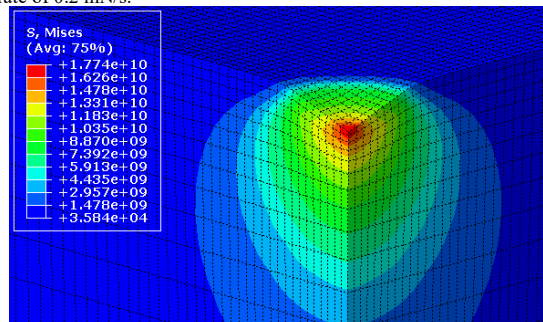
Fig. 7 Sensitivity analysis of FE results to mesh size.

کانتور توزیع تنش ون میز نمونه ی سرامیکی TiN-5wt%Ti در انتهای مرحله بارگذاری و باربرداری در شکل ۹ نشان داده شده است. با توجه به شکل ۹ می توان مشاهده کرد که هندسه متقارن محوری فرورونده مخروطی شکل باعث به وجود آمدن میدان تنش متقارن شده است. با توجه به تصاویر توزیع تنش ون میز (شکل ۹) مشاهده می شود که بعد از پایان زمان بارگذاری بر روی سطح نمونه، در منطقه تحت تأثیر فرورفتگی تنش های پسماند باقی می ماند و حداکثر مقدار این تنش پسماند با افزایش نرخ بارگذاری بیشتر می شود. کانتور توزیع کرنش پلاستیک معادل نمونه ی سرامیکی TiN-5wt%Ti در میانه و انتهای مرحله بارگذاری و انتهای مرحله باربرداری در شکل ۱۰ نشان داده شده است. با توجه به تصاویر توزیع کرنش پلاستیک معادل (شکل ۱۰) می توان مشاهده کرد زمانی که نیروی اعمالی به فرورونده افزایش پیدا می کند (تا جایی که به حداکثر عمق فرورفتگی



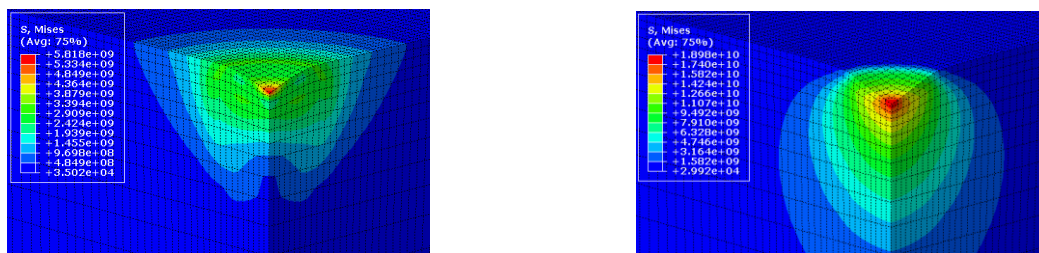
(الف) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۲ میلی نیوتن بر ثانیه

(a) Stress distribution Contour corresponding to the end of loading stage at a rate of 0.2 mN/s.



(ج) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۴ میلی نیوتن بر ثانیه

(c) Stress distribution Contour corresponding to the end of loading stage at a rate of 0.4 mN/s.



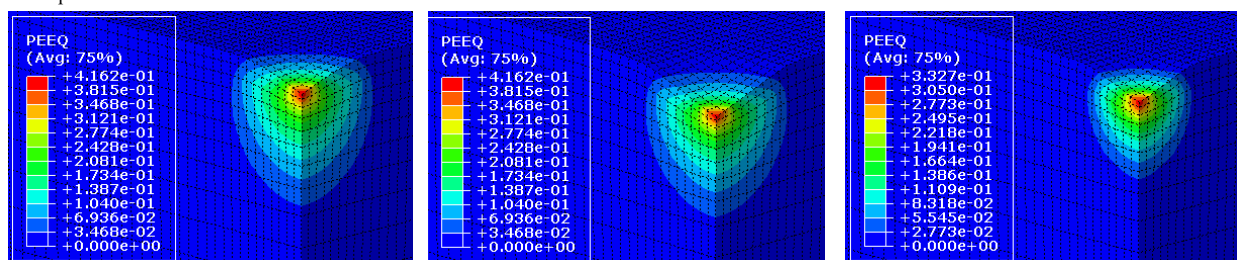
(و) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه (ه) تصویر توزیع تنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه

(f) Stress distribution Contour corresponding to the end of unloading stage at a rate of 0.8 mN/s.

(e) Stress distribution Contour corresponding to the end of loading stage at a rate of 0.8 mN/s.

شکل ۹ تصاویر توزیع تنش ون میز محاسبه شده با استفاده از روش المان محدود برای نرخ‌های مختلف بارگذاری و باربرداری بر روی نمونه TiN-5wt%Ti

Fig. 9 Contours of von Mises stress distribution calculated using the finite element method for different loading and unloading rates on the TiN-5wt%Ti sample



(ج) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۲ میلی نیوتن بر ثانیه

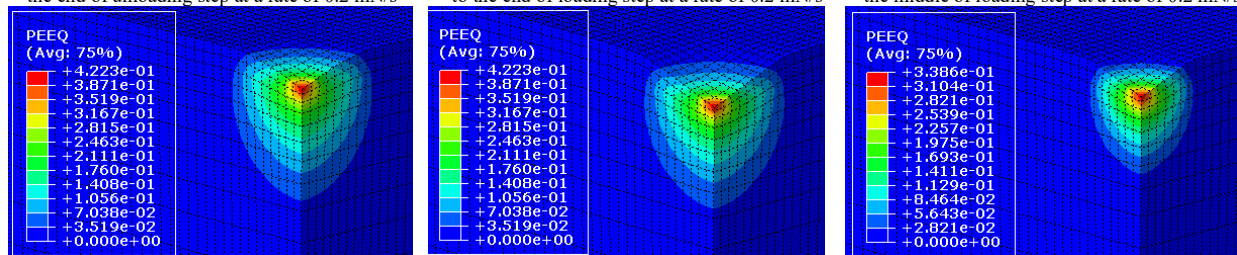
(c) Strain distribution Contour corresponding to the end of unloading step at a rate of 0.2 mN/s

(ب) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۲ میلی نیوتن بر ثانیه

(b) Strain distribution Contour corresponding to the end of loading step at a rate of 0.2 mN/s

(الف) تصویر توزیع کرنش مربوط به میانه‌ی مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۲ میلی نیوتن بر ثانیه

(a) Strain distribution Contour corresponding to the middle of loading step at a rate of 0.2 mN/s



(و) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۴ میلی نیوتن بر ثانیه

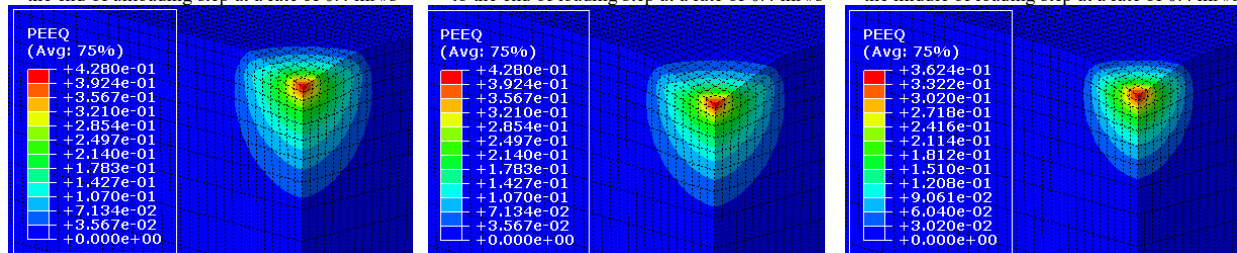
(f) Strain distribution Contour corresponding to the end of unloading step at a rate of 0.4 mN/s

(ه) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۴ میلی نیوتن بر ثانیه

(e) Strain distribution Contour corresponding to the end of loading step at a rate of 0.4 mN/s

(د) تصویر توزیع کرنش مربوط به میانه‌ی مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۴ میلی نیوتن بر ثانیه

(d) Strain distribution Contour corresponding to the middle of loading step at a rate of 0.4 mN/s



(ط) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله باربرداری با نرخ ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه

(i) Strain distribution Contour corresponding to the end of unloading step at a rate of 0.8 mN/s

(ح) تصویر توزیع کرنش مربوط به انتهای مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه

(h) Strain distribution Contour corresponding to the end of loading step at a rate of 0.8 mN/s

(ز) تصویر توزیع کرنش مربوط به میانه‌ی مرحله بارگذاری با نرخ ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه

(g) Strain distribution Contour corresponding to the middle of loading step at a rate of 0.8 mN/s

شکل ۱۰ تصاویر توزیع کرنش پلاستیک معادل محاسبه شده با استفاده از روش المان محدود برای نرخ‌های مختلف بارگذاری و باربرداری بر روی نمونه TiN-5wt%Ti

Fig. 10 Contours of equivalent plastic strain distribution calculated using the finite element method for different loading and unloading rates on the TiN-5wt%Ti sample

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، سرامیک بر پایه نیترید تیتانیم حاوی ۵ درصد وزنی افزودنی تیتانیم از طریق فرایند تف جوشی پلاسمای جرقه ای در دمای ۱۹۰۰ درجه سانتی گراد، تحت فشار ۵۰ مگاپاسکال، در اتمسفر خلأ به مدت ۷ دقیقه تف جوشی شد. به منظور بررسی های ریزساختاری، مکانیکی و فیزیکی، آزمون های ارسمیدس، FESEM، XRD، میکروویکرز، خمش سه نقطه ای و نانو فرورونده بر روی نمونه انجام شد. علاوه بر آن، شبیه سازی المان محدود آزمون نانو فرورونده جهت ارزیابی بهتر و تطبیق آن با نتایج تجربی در حالت های مختلف مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج حاصل از این پژوهش نشان می دهد که:

۱. چگالی نسبی نمونه تف جوشی شده ۹۲/۵ درصد گزارش گردید که به وجود منافذ و حفرات ریز بین ذرات به دلیل به دام افتادن گازهای آزاد شده ناشی از واکنش های احتمالی و عدم وجود ترشوندگی کافی بین ذرات زمینه و افزودنی نسبت داده شد.
۲. ارزیابی های ریزساختاری، فازی و ترمودینامیکی نشان دادند که واکنش تیتانیم و نیترید تیتانیم با مقداری اکسیژن باقی مانده منجر به شکل گیری فاز اکسید تیتانیم در طول فرایند تف جوشی شد. همچنین، وجود فازهای ثانویه همچون TiO ، TiO_2 ، Ti_2O بین ذرات زمینه با مهار حرکت مرز دانه از رشد افراطی دانه جلوگیری کردند.
۳. میکروسختی و استحکام خمشی نمونه به ترتیب ۱۶/۸۶ گیگاپاسکال و ۷۷۹ مگاپاسکال به دلیل وجود منافذ قابل توجه بین ذرات بودند. بر خلاف آن، وجود فازهای ثانویه و مقدار قابل توجهی تخلخل با فعال سازی مکانیسم های چقرمه شدن همچون انحراف ترک و کند شدن نوک ترک همراه شد که در نهایت منجر به دستیابی به چقرمگی شکست $MPa.m^{1/2}$ ۶/۵۴ گردید.

۳. میکروسختی و استحکام خمشی نمونه به ترتیب ۱۶/۸۶ گیگاپاسکال و ۷۷۹ مگاپاسکال به دلیل وجود منافذ قابل توجه بین ذرات بودند. بر خلاف آن، وجود فازهای ثانویه و مقدار قابل توجهی تخلخل با فعال سازی مکانیسم های چقرمه شدن همچون انحراف ترک و کند شدن نوک ترک همراه شد که در نهایت منجر به دستیابی به چقرمگی شکست $MPa.m^{1/2}$ ۶/۵۴ گردید.
۴. با توجه به نتایج آزمایشگاهی آزمون نانو فرورونده، حداکثر مقادیر سختی در نرخ بارگذاری ۰/۸ میلی نیوتن بر ثانیه به

وقوع اثر کارسختی در این نمونه نسبت داده شد. علاوه بر آن، رویدادهای pop-in در نتیجه جوانه زنی تعداد زیادی نابجایی و تشکیل ریزترک در نواحی فرورفتگی مشاهده گردید. نتایج شبیه سازی آزمون نانو فرورونده علاوه بر تأیید یافته های تجربی همچنین نشان داد که افزایش نرخ بارگذاری منجر به وجود آمدن ریزحفرات ناشی از آزمون نانو فرورونده می شود و با افزایش نرخ اعمال بارگذاری حجم ناحیه حاوی تغییر شکل پلاستیک باقیمانده، بزرگ تر می گردد.

فهرست علائم

A_c	مساحت اثر سختی
C	نصف طول ترک ایجاد شده توسط اثر سختی
E	مدول الاستیک
E_m	مدول الاستیک میانگین
E_i	مدول الاستیک اصلاح شده فرورونده
E_s	مدول الاستیک اصلاح شده نمونه
F	نیروی اعمالی فرورونده
h_c	عمق تماس
h_t	جابجایی فرورونده در حداکثر بار اعمالی
H	سختی ویکرز
K	ضریب کرنش سختی
K_{IC}	چقرمگی شکست
n	توان کرنش سختی
P_{max}	حداکثر بار
S	سفتی
δ	یک عدد ثابت (۱/۰۳۴) است و به هندسه فرورونده وابستگی دارد.
ε	مقدار ثابت برای فرورونده (۰/۷۵)
ε_u	کرنش نهایی
ε_0	کرنش تسلیم
σ_0	تنش تسلیم
σ_u	تنش نهایی
v_i	نسبت پواسون فرورونده
v_s	نسبت پواسون نمونه

تأییدیه اخلاقی: محتویات علمی این مقاله حاصل پژوهش نویسندگان است و در هیچ نشریه ایرانی و غیر ایرانی منتشر نشده است.

تعارض منافع: در این مقاله هیچ تعارض منافعی برای اظهار وجود ندارد.

منابع

- [1] D. Medved', J. Balko, R. Sedlák, A. Kovalčíková, I. Shepa, A. Naughton-Duszová, V et al., "Wear resistance of ZrB2 based ceramic composites," International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 81, pp. 214-224, 2019. DOI:10.1016/j.jrmhm.2019.03.004.

- International, vol. 45, no. 17, pp. 22196-22202, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.07.241](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.241).
- [13] F. Sadegh Moghanlou, M. Vajdi, A. Motallebzadeh, J. Sha, M. Shokouhimehr, M. Shahedi Asl, "Numerical analyses of heat transfer and thermal stress in a ZrB₂ gas turbine stator blade," *Ceramics International*, vol. 45, no. 14, pp. 17742-17750, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.05.344](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.05.344).
- [14] Z. Ahmadi, B. Nayeibi, M. Shahedi Asl, I. Farahbakhsh, Z. Balak, "Densification improvement of spark plasma sintered TiB₂-based composites with micron-, submicron-and nano-sized SiC particulates," *Ceramics International*, vol. 44, no. 10, pp. 11431-11437, 2018. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.03.202](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.03.202).
- [15] R. Tu, P. Zhu, S. Zhang, P. Xu, L. Zhang, H. Hanekawa, T. Goto, "Comparison of CVD-deposited Ni and dry-blended Ni powder as sintering aids for TiN powder," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 34, no. 8, pp. 1955-1961, 2014. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2013.12.050](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.12.050).
- [16] P. Xiao, B. Derby, "Wetting of titanium nitride and titanium carbide by liquid metals," *Acta materialia*, vol. 44, no. 1, pp. 307-314, 1996. DOI: [10.1016/1359-6454\(95\)00165-0](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00165-0).
- [17] H. Nakayama, K. Ozaki, "Effect of mechanical milling of elemental powders on interface formation in TiN-Ni cermets prepared by pulsed current sintering," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 51, pp. 309-314, 2015. DOI: [10.1016/j.jirmhm.2015.05.007](https://doi.org/10.1016/j.jirmhm.2015.05.007).
- [18] R. Daniel, M. Meindlumer, J. Zalesak, B. Sartory, A. Zeilinger, C. Mitterer, J. Keckes, "Fracture toughness enhancement of brittle nanostructured materials by spatial heterogeneity: a micromechanical proof for CrN/Cr and TiN/SiO_x multilayers," *Materials & design*, vol. 104, pp. 227-234, 2016. DOI: [10.1016/j.matdes.2016.05.029](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.029).
- [19] M.L. Gu, C.Z. Huang, B. Zou, B.Q. Liu, "Effect of (Ni, Mo) and TiN on the microstructure and mechanical properties of TiB₂ ceramic tool materials," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 433, no. 1-2, pp. 39-44, 2006. DOI: [10.1016/j.msea.2006.07.012](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.07.012).
- [20] C.H. Lee, H.H. Lu, C.A. Wang, P.K. Nayak, J.L. Huang, "Microstructure and mechanical properties of TiN/Si₃N₄ nanocomposites by spark plasma sintering (SPS)," *Journal of alloys and compounds*, vol. 508, no. 2, pp. 540-545, 2010. DOI: [10.1016/j.jallcom.2010.08.116](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.08.116).
- [21] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, "Spark plasma sintering of TiN-TiB₂-hBN composites and their properties," *Ceramics International*, vol. 41, no. 3, pp. 4498-4503, 2015. DOI: [10.1016/j.ceramint.2014.11.144](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.11.144).
- [22] L. Wang, W. Jiang, L. Chen, M. Yang, and H. Zhu, "Consolidation of Nano-Sized TiN Powders by Spark Plasma Sintering," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 89, no. 7, pp. 2364-2366, 2006. DOI: [10.1111/j.1551-2916.2006.01066.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01066.x).
- [23] V.-H. Nguyen et al., "Combined role of SiC whiskers and graphene nano-platelets on the microstructure of spark plasma sintered ZrB₂ ceramics," *Ceramics International*, vol. 47, no. 9, pp. 12459-12466, 2021. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.01.103](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.103).
- [24] V.-H. Nguyen et al., "Effects of SiC on densification, microstructure and nano-indentation properties of
- [2] F. Jalali, M. Ghatee, S.M. Hashemian, Effect of TiN/TiCN/Al₂O₃ multilayer coating on Tungsten Carbide drill on drilling process of spherodized cast iron, *Modares Mechanical Engineering* Vol.15, No.12, pp.443-449, 2015.
- [3] S. Nekahi, K. Vaferi, M. Vajdi, F. Sadegh Moghanlou, M. Shahedi Asl, M. Shokouhimehr, "A numerical approach to the heat transfer and thermal stress in a gas turbine stator blade made of HfB₂," *Ceramics International*, Vol. 45, no. 18, pp. 24060-24069. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.08.112](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.08.112).
- [4] S. Nekahi, F. Sadegh Moghanlou, M. Vajdi, Z. Ahmadi, A. Motallebzadeh, M. Shahedi Asl, "Microstructural, thermal and mechanical characterization of TiB₂-SiC composites doped with short carbon fibers," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 82, pp. 129-135, 2019. DOI: [10.1016/j.jirmhm.2019.04.005](https://doi.org/10.1016/j.jirmhm.2019.04.005).
- [5] K. Vaferi, S. Nekahi, M. Vajdi, F. Sadegh Moghanlou, M. Shokouhimehr, "Heat transfer, thermal stress and failure analyses in a TiB₂ gas turbine stator blade," *Ceramics International*, vol. 45, no. 15, pp. 19331-19339, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.06.184](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.184).
- [6] F. Shayesteh, S.A. Delbari, Z. Ahmadi, M. Shokouhimehr, M. Shahedi Asl, "Influence of TiN dopant on microstructure of TiB₂ ceramic sintered by spark plasma," *Ceramics International*, vol. 45, no. 5, pp. 5306-5311, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.11.228](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.11.228).
- [7] A. Sabahi Namini, Z. Ahmadi, A. Babapoor, M. Shokouhimehr, M. Shahedi Asl, "Microstructure and thermomechanical characteristics of spark plasma sintered TiC ceramics doped with nano-sized WC," *Ceramics International*, vol. 45, no. 2, pp. 2153-2160, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.125](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.125).
- [8] M. Shahedi Asl, Z. Ahmadi, A. Sabahi Namini, A. Babapoor, A. Motallebzadeh, "Spark plasma sintering of TiC-SiCw ceramics," *Ceramics International*, vol. 45, no. 16, pp. 19808-19821, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.06.236](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.236).
- [9] S. Nekahi, M. Vajdi, F.S. Moghanlou, K. Vaferi, A. Motallebzadeh, M. Ozen, et al., "TiB₂-SiC-based ceramics as alternative efficient micro heat exchangers," *Ceramics International*, vol. 45, no. 15, pp. 19060-19067, 2019. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.06.150](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.150).
- [10] M. Shahedi Asl, S.A. Delbari, F. Shayesteh, Z. Ahmadi, A. Motallebzadeh, "Reactive spark plasma sintering of TiB₂-SiC-TiN novel composite," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 81, pp. 119-126, 2019. DOI: [10.1016/j.jirmhm.2019.02.022](https://doi.org/10.1016/j.jirmhm.2019.02.022).
- [11] M. Vajdi, F. Sadegh Moghanlou, E. Ranjbarpour Niari, M. Shahedi Asl, M. Shokouhimehr, "Heat transfer and pressure drop in a ZrB₂ microchannel heat sink: a numerical approach," *Ceramics International*, vol. 46, no. 2, pp. 1730-1735, 2020. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.09.146](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.146).
- [12] M. Sakkaki, F. Sadegh Moghanlou, M. Vajdi, F. Pishgar, M. Shokouhimehr, M. Shahedi Asl, "The effect of thermal contact resistance on the temperature distribution in a WC made cutting tool," *Ceramics*

- of Alloys and Compounds, Volume 1006, 2024, 176123, ISSN 0925-8388, DOI: [10.1016/j.jallcom.2024.176123](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.176123)
- [35] B. Bor, D. Giuntini, B. Domènech, M.V. Swain, and G.A. Schneider, "Nanoindentation-based study of the mechanical behavior of bulk supercrystalline ceramic-organic nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, no. 10, pp.3247-3256, 2019. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2019.03.053](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.03.053)
- [36] V. Fauvel, Y. Gaillard, R. Guillemet, P. Garabédian, and F. Richard, "Numerical and experimental crossed analysis of coated nanostructures through nanoindentation," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 245, pp.108091, 2023. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2022.108091](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2022.108091)
- [37] Y. Yang, R. Peng, J. Li, X. Chen, H. Zhang, J. Zhao, Y. He, and Z. Liu, "Elastic-plastic properties of ceramic matrix composites characterization by nanoindentation testing coupled with computer modeling," *Ceramics International*, 50(11), pp.18540-18548, 2024. DOI: [10.1016/j.ceramint.2024.02.338](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.02.338)
- [38] H. Wang, Z. Huang, J. Deng, D. He, J. Qi, and T. Lu, "Stress-strain relationship of translucent nanocrystalline Gadolinium Zirconate ceramic with grain size below 10 nm using nanoindentation," *Ceramics International*, vol. 46, no. 6, pp.8490-8494, 2020. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.12.029](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.12.029)
- [39] J.L. Amorós, E. Blasco, A. Moreno, and C. Feliu, "Mechanical properties obtained by nanoindentation of sintered zircon-glass matrix composites," *Ceramics International*, vol. 46, no. 8, pp.10691-10695, 2020. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.01.075](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.075)
- [40] M. Ji, J. Xu, L. Li, D. Yu, M. Chen, and M. El Mansori, "Nano-scale mechanical behaviors and material removal mechanisms of zirconia ceramics sintered at various temperatures," *Ceramics International*, vol. 47, no. 23, pp.32588-32598, 2021. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.08.154](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.08.154)
- [41] X. Jin, X. Wang, L. Liu, Y. Yin, H. Wang, B. Zhang and X. Fan, "Strain rate effect on the mechanical properties of ZrB₂-SiC ceramics characterized by nanoindentation," *Ceramics International*, vol. 48, no. 7, pp. 10333-10338, 2022. DOI: [10.1016/j.ceramint.2022.01.331](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.01.331)
- [42] A.L. Rominiyi, and P.M. Mashinini, "Nanoindentation study of mechanical and wear properties of spark plasma sintered Ti-6Ni-xTiCN composites," *Ceramics International*, vol. 49, no. 2, pp.2194-2203, 2023. DOI: [ceramint.2022.09.186](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.186)
- [43] A. Shanaghi, A. Siyavoshi, A.R. Sour, A. Shanaghi, and P.K. Chu, "Study of the Mechanical Properties of NiTi Modified by Carbon Plasma Immersion Ion Implantation Using Nano-Indentation Test and Finite Element Method Simulation," *Physics of Metals and Metallography*, vol. 123, no. 13, pp.1395-1401, 2022. DOI: [10.1134/S0031918X21100574](https://doi.org/10.1134/S0031918X21100574)
- [44] P. Xiao, A. Roy, and X. Wang, "In-silico simulation of nanoindentation on bone using a 2D cohesive finite element model," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 151, p. 106403, 2024. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2024.106403](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2024.106403)
- [45] H. Li, J. Chen, Q. Chen, and M. Liu, "Determining the constitutive behavior of nonlinear visco-elastic-plastic ZrB₂-BN composites," *Ceramics International*, vol. 47, no. 7, pp. 9873-9880, 2021. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.12.129](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.129)
- [25] H.Yu, A.S. Namini, S.A. Delbari, M. Sheikhlou, A. Abdolmaleki, S. Jung, J. Lee, J. Wang, Q. Van Le, S.Y. Kim, and H.W. Jang, "Nanoindentation and TEM investigation of spark plasma sintered TiB₂-SiC composite," *Ceramics International*, vol. 48, no. 14, pp. 20285-20293, 2022. DOI: [10.1016/j.ceramint.2022.03.309](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.03.309)
- [26] V. H. Nguyen, S. A. Delbari, M. S. Asl, Q. Van Le, M. Shokouhimehr, M. Mohammadi, & A. S. Namini, "Synergistic effects of Si₃N₄ and CNT on densification and properties of TiC ceramics," *Ceramics International*, vol. 47, no. 9, pp. 12941-12950, 2021. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.01.157](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.157)
- [27] I. Khobta, O. Petukhov, O. Vasyukiv, Y. Sakka, and A. Ragulya, "Synthesis and consolidation of TiN/TiB₂ ceramic composites via reactive spark plasma sintering," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, no. 5, pp. 1601-1606, 2011. DOI: [10.1016/j.jallcom.2010.10.198](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.10.198)
- [28] S. Kawano, J. Takahashi, and S. Shimada, "Spark plasma sintering of nano-sized TiN prepared from TiO₂ by controlled hydrolysis of TiCl₄ and Ti (O-i-C₃H₇)₄ solution," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 86, no. 9, pp. 1609-1611, 2003. DOI: [10.1111/j.1151-2916.2003.tb03524.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2003.tb03524.x)
- [29] H. Elmkhah, A. Abdollah-zadeh, F. Mahboubi, A. Sabour rohaghdam, K.H. Kim, Qualitative evaluation of mechanical properties of nanostructured TiAlN coatings deposited on cutting tools by analysis of XRD results, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, No. 12, pp. 61-66, 2014.
- [30] D. Sun, T. Sun, Q. Wang, X. Han, Q. Guo and G. Wu, "Fabrication of in situ Ti₂AlN/TiAl composites by reaction hot pressing and their properties," *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, vol. 29, no. 1, pp.126-130, 2014. DOI: [10.1007/s11595-014-0879-6](https://doi.org/10.1007/s11595-014-0879-6)
- [31] Z.J. Lin, M.J. Zhuo, M.S. Li, J.Y. Wang and Y.C. Zhou, "Synthesis and microstructure of layered-ternary Ti₂AlN ceramic," *Scripta materialia*, vol. 56, no. 12, pp.1115-1118, 2007. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2004.04.070>
- [32] A.C. Fischer-Cripps, "A simple phenomenological approach to nanoindentation creep," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, no. 1-2, pp. 74-82, 2004. DOI: [10.1016/J.MSEA.2004.04.070](https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2004.04.070)
- [33] S. R. Kalidindi, and S. Pathak, "Determination of the effective zero-point and the extraction of spherical nanoindentation stress-strain curves," *Acta Materialia*, vol. 56, no. 14, pp. 3523-3532, 2008. DOI: [10.1016/j.actamat.2008.03.036](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.03.036)
- [34] Hao Yu, Mohammad Sadegh Shakeri, Shahin Keyvani Somarin, Mehrdad Sheikhlou, Abbas Sabahi Namini, Joo Young Park, Sunghoon Jung, Ho Won Jang, Quyet Van Le, Dokyoon Kim, Zaneta Swiatkowska-Warkocka, Mohammadreza Shokouhimehr, Comprehensive characterization of spark plasma sintered ZrB₂-SiCp-SiCw composite and its corresponding orthogonal cutting simulation, *Journal*

- PMMA thin films using nanoindentation and finite element simulation," *Materials & Design*, vol. 197, p. 109239, 2021. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109239](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109239)
- [46] G. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, and D. Marshall, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements," *Journal of the American ceramic society*, vol. 64, no. 9, pp. 533-538, 1981. DOI: [10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x)
- [47] A. Bolshakov, W. Oliver, and G. Pharr, "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations," *Journal of Materials Research*, vol. 11, no. 3, pp. 760-768, 1996. DOI: [10.1557/JMR.1996.0092](https://doi.org/10.1557/JMR.1996.0092)
- [48] J. Knapp, D. Follstaedt, S. Myers, J. Barbour, and T. Friedmann, "Finite-element modeling of nanoindentation," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 3, pp. 1460-1474, 1999. DOI: [10.1063/1.369178](https://doi.org/10.1063/1.369178)
- [49] A. Bolshakov, W. Oliver, and G. Pharr, "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations," *Journal of Materials Research*, vol. 11, no. 3, pp. 760-768, 1996. DOI: [10.1557/JMR.1996.0092](https://doi.org/10.1557/JMR.1996.0092)
- [50] A. Dias and G. Godoy, "Determination of stress-strain curve through Berkovich indentation testing," in *Materials Science Forum*, 2010, vol. 636: Trans Tech Publ, pp. 1186-1193. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.1186](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.1186)
- [51] M. S. Libório, A. M. d. S. Dias, and R. M. Souza, "Determination of film thickness through simulation of vickers hardness testing," *Materials Research*, vol. 20, no. 3, pp. 755-760, 2017. DOI: [10.1590/1980-5373-MR-2015-0783](https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0783)
- [52] M. Lichinchi, C. Lenardi, J. Haupt, and R. Vitali, "Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin films using finite element method," *Thin solid films*, vol. 312, no. 1-2, pp. 240-248, 1998. DOI: [10.1016/S0040-6090\(97\)00739-6](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00739-6)
- [53] A. Bhattacharya and W. Nix, "Finite element simulation of indentation experiments," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 24, no. 9, pp. 881-891, 1988. DOI: [10.1016/0020-7683\(88\)90039-X](https://doi.org/10.1016/0020-7683(88)90039-X)