

ساخت و مشخصه‌یابی ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت بر پایه آلیاژ NiCrAlY تقویت شده با ذرات Si₃N₄ به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای

رضا زارعی، احسان محمد شریفی*، محمدرضا لقمان، مظاهر رضانی و خشایار زمانی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک‌اشتر، اصفهان، ایران

(دریافت مقاله: ۱۴۰۰/۱۱/۱۱ - دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۱/۳/۳۱)

چکیده - در پژوهش حاضر، تأثیر افزودن Si₃N₄ بر ریزساختار، سختی و ضریب اصطکاک و نرخ سایش آلیاژ NiCrAlY بررسی شده است. خصوصیات ساختاری و مکانیکی نمونه‌های تولیدی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، دستگاه پراش‌سنج پرتو ایکس، دستگاه سختی‌سنجی ویکرز ارزیابی شد. ابتدا پودر Si₃N₄ به مقادیر ۱، ۳ و ۵ درصد وزنی با پودر NiCrAlY به مدت ۲ ساعت در آسیاب مکانیکی با یکدیگر مخلوط شدند؛ در ادامه مخلوط‌های پودری در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت عملیات تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS)، قرار گرفتند. نتایج حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس، نشان می‌دهد نمونه‌های تولیدی از دو فاز محلول جامد γ -Ni(Cr) و ترکیبات بین فلزی β -NiAl تشکیل شده است. نتایج سختی‌سنجی نشان می‌دهد که با افزودن ۱ درصد Si₃N₄ به NiCrAlY، سختی نمونه از ۴۱۸ به ۶۱۴ ویکرز افزایش می‌یابد. همچنین، نمونه مقاومت به سایش (mg/m) $10^{-5} \times 1/42$ از خود نشان می‌دهد؛ اما با افزایش درصد وزنی Si₃N₄ در نمونه ۱ به ۵ درصد وزنی، سختی از ۶۱۴ به ۵۴۳ ویکرز کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی: نانو کامپوزیت NiCrAlY، تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، Si₃N₄.

۱- مقدمه

از این کامپوزیت‌ها برای مقاومت به خوردگی، مقاومت حرارتی و مقاومت به اکسیداسیون در دمای بالا استفاده می‌شود. عیب این آلیاژ سختی کم و مقاومت در برابر سایش کم است که بیشتر در مراحل اجرا در دماهای پایین است [۸-۶]. در این راستا چند گزارش به بررسی بهینه‌سازی ریزساختار آلیاژ MCrAlY با فشار داغ [۹ و ۱۰] و همچنین روش‌های تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای^۱، برای کاربردهای در دمای بالا پرداختند [۱۱]. علاوه بر مزایای تکنیک تف‌جوشی

افزایش روزافزون قطعات متالورژی پودر و کامپوزیت‌های زمینه فلزی حاکی از ارزش روزافزون این جنبه‌های نوین متالورژی در صنایع مختلف است [۲ و ۱]. روزبه‌روز خواص کامپوزیت‌های زمینه فلزی بهبود یافته و این مواد به دلیل خواص منحصربه‌فرد خود مانند سبک وزنی، مدول الاستیک بالا، مقاومت خوردگی و مقاومت سایشی مناسب بسیار پرکاربرد و مورد توجه واقع شدند [۳-۵]. در این میان آلیاژ

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: E-m-sharifi@mut-es.ac.ir

از محققان را به خود جلب کرده است [۲۰-۱۷]. برای تهیه پودرهای کامپوزیتی می‌توان ذرات فاز تقویت‌کننده را به‌طور مستقیم به ذرات زمینه اضافه کرد و آنها را همزمان آسیاب کرد. مزایای این روش عبارتند از هزینه نسبتاً پایین، امکان فراوری در دمای پایین و انعطاف‌پذیری در انتخاب پارامترهای فرایند [۲۲-۲۱]. ضمن اینکه آسیاب‌کاری مکانیکی از طریق کاهش اندازه دانه‌های ریزساختار و ایجاد بی‌نظمی در شبکه کریستالی ترکیبات بین فلزی، سبب بهبود انعطاف‌پذیری آنها می‌شود [۱۸].

هدف از انجام این پژوهش بهبود سختی و مقاومت در برابر سایش آلیاژ NiCrAlY با افزودن نانو ذرات Si_3N_4 در طی عملیات تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای است. در این پژوهش تأثیر افزودن درصد‌های Si_3N_4 ۱ الی ۵ درصد بر خواص مکانیکی آلیاژ مذکور مورد ارزیابی قرار می‌گیرد.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق در جدول (۱) ارائه شده است. لازم به ذکر است، پودرهای تجاری NiCrAlY دارای اندازه ذرات ۵۰ تا ۱۰۰ میکرومتر بودند. در این راستا، ذرات پودری به مدت ۲۰ ساعت تحت عملیات آسیاب‌کاری قرار گرفتند تا اندازه ذرات به ۱ الی ۵ میکرومتر کاهش یابد.

۲-۲- مخلوط‌سازی مواد اولیه کامپوزیت زمینه NiCrAlY

در این تحقیق، برای تولید پودر کامپوزیتی، پودر Si_3N_4 با مقادیر ۱، ۳ و ۵ درصد وزنی به پودر NiCrAlY آسیاب شده اضافه گردید. در این راستا، همه پودرهای NiCrAlY و Si_3N_4 به مدت ۲ ساعت آسیاب‌کاری مکانیکی شدند.

۲-۳- فرایند تولید کامپوزیت به روش تف‌جوشی پلاسمای

جرقه‌ای

در این پژوهش، فرایند تف‌جوشی به کمک دستگاه تف‌جوشی

پلاسمای جرقه‌ای (دمای تف‌جوشی کمتر، زمان نگهداری کوتاه‌تر و تخلخل باقیمانده کمتر، یکنواختی چگالی قطعات ساخته‌شده و حصول چگالی بالا)، تف‌جوشی آلیاژ MCrAlY با این روش می‌تواند از رشد بیش از حد دانه‌های فلزی جلوگیری کرده و منجر به بهینه‌سازی ساختار آلیاژ و کاهش عیوب شود [۱۲]. فرایند تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای را تقریباً می‌توان برای تمام مواد پودری به‌کار برد، به‌گونه‌ای که خواص مشخصه‌های نهایی به‌دست آمده در این روش با خواص به‌دست آمده در روش‌های پرس داغ معمولی^۲ (HP) و پرس داغ ایزواستاتیک^۳ (HIP) متفاوت باشد [۱۳]. برخی مواد سرامیکی را که می‌توان با این روش تف‌جوشی کرد و به چگالی‌های بالادست یافت عبارتند از نیتrideها مثل: TiN ، AlN ، Si_3N_4 ، TaN . همچنین فرایند تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای به‌ویژه برای تف‌جوشی نانو پودرها بسیار مناسب است [۱۴-۱۵].

در پژوهش‌های پیشین توسط سیلونگ کائو و همکاران [۱۶] و نتو و همکاران [۱۷] از روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای برای ساخت کامپوزیت MCrAlY استفاده کردند که نمونه ۷/۲ درصد چگالی تئوری و سختی ۴۱۸ ویکرز نشان داد. علاوه بر این، پژوهش‌های دیگری توسط اسماعیلی و همکاران [۱۸]، از روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای برای ساخت کامپوزیت $\text{NiCrAlY-nanoSi}_3\text{N}_4\text{-Gr}$ استفاده کردند. آنها با استفاده از این روش توانستند به حدود ۹۹/۵ درصد چگالی تئوری و سختی به میزان ۸۵ درصد بعد از فرایند تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای نسبت به NiCrAlY خالص دست یابند.

عیب آلیاژ NiCrAlY سختی کم و مقاومت در برابر سایش کم است؛ که برای رفع این مشکل از کامپوزیت کردن آن با ذرات سرامیکی BN ، HfB_2 ، ZrB_2 ، Al_2O_3 ، Si_3N_4 ، Cr_3C_2 ، WC ، ZrO_2 پیشنهاد می‌شود [۱۹-۱۸]. در بین این مواد، Si_3N_4 یکی از مفیدترین تقویت‌کننده‌های سرامیکی است که به دلیل خواص فوق‌العاده مانند مقاومت عالی در برابر اکسیداسیون، استحکام در دمای بالا و پایداری شیمیایی خوب توجه بسیاری

جدول ۱- مواد مورد استفاده در این پژوهش

نام ترکیب	درصد خلوص	اندازه ذرات	شرکت تولیدکننده
Ni-22Cr-10Al-1Y	۹۹	۵۰-۱۰۰ میکرون	PAC آمریکا
نیتريد سيليسيم	۹۹	۱۰۰-۲۰۰ نانومتر	Kaler nano

برای مشخص کردن ترکیب شیمیایی عنصری نانو ذرات فراوری شده از آزمون طیف‌سنج تفکیک انرژی پرتو ایکس^۵ استفاده شد. برای انجام آزمون طیف‌سنج تفکیک انرژی اشعه ایکس نانو ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی Seron AIS-2300، با ولتاژ ۲۰ کیلوولت و زاویه ۳۵ درجه استفاده شد.

به منظور شناسایی فازهای پودرهای اولیه، از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس ASEWARE مدل 300AW-XDM استفاده شد. آزمون با ولتاژ ۴۰ کیلوولت، جریان ۳۰ میلی آمپر، طول موج ۱/۵۴۱۸۴ انگسترم، اندازه گام ۰/۰۵ در جهت زمان هر گام ۱ ثانیه در محدوده ۲θ از ۱۰ تا ۹۰ درجه انجام شد. تعیین فازهای الگوی پراش پرتو ایکس، توسط نرم افزار Xpert High Score انجام شد.

۲-۵- سختی سنجی

جهت سختی سنجی نمونه‌های تف‌جوشی شده از یک دستگاه سختی سنج یونیورسال (EMCO-TEST، اتریش؛ مدل: Dura Scan-70) با نیروی ۱ کیلوگرم و با زمان نگه‌داری ۱۵ ثانیه استفاده شد. برای این منظور سطوح قطعات با استفاده از سنباده ۶۰۰ آماده شد. به منظور کاهش خطای اندازه‌گیری سه نقطه اثر از هر نمونه سختی سنجی شد که میانگین عدد سختی متوسط گزارش شد.

۲-۶- آزمون سایش

آزمون سایش مطابق با استاندارد ASTM G99-17 انجام شد. در تعیین رفتار سایشی نمونه تف‌جوشی شده، پین با نوک کرومی بر سطح نمونه نیروی دقیق اعمال می‌کند. ضریب اصطکاک با

پلاسمای جرقه‌ای مدل ۶۰-۱۰۰۰۰ بر روی نمونه‌ها انجام شد. بدین منظور قبل از انتقال پودر به داخل قالب، لایه‌ای از کاغذ گرافیت در داخل قالب و همچنین در محل تماس پودر با سنبه‌های گرافیتی قرار گرفت تا واکنش و چسبندگی بین نمونه و قالب یا سنبه‌های را به حداقل برساند. به منظور تف‌جوشی، ۲۵ گرم پودر داخل قالب گرافیتی استوانه‌ای شکل با ابعاد ۴۰×۲۰×۴۰ میلی‌متر ریخته شد. سپس قالب آماده شده با پشم گرافیت با ضخامت ۵ میلی‌متر جهت بهبود عایق‌کاری حرارتی پوشانده شد. سپس قالب در داخل محفظه دستگاه تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای بین دو صفحه گرد مرتبط به فک‌های فشار هیدرولیک قرار گرفت و بعد از بستن درب آن، محفظه تحت خلأ قرار گرفت. سه نمونه در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴۰ ثانیه در فشار ۴۰ مگاپاسکال تف‌جوشی شدند.

پودرها در داخل قالب گرافیتی تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای ریخته شده طی ۵ دقیقه دما به ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار از صفر به ۲۰ مگاپاسکال رسانده شد. سپس، به مدت ۵ دقیقه دما از ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار از ۳۰ به ۴۰ مگاپاسکال افزایش داده شد. در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۴۰ مگاپاسکال به مدت ۶ دقیقه تف‌جوشی انجام شد. نهایتاً نمونه تا دمای محیط خنک شد.

۲-۴- ارزیابی ریزساختاری

برای بررسی ریزساختاری نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی Philips-X130 با قدرت تفکیک ۱۰ نانومتر، بزرگنمایی ۲۰ الی ۱۰۰۰۰ برابر استفاده شد. برای گرفتن تصاویر از الکترون‌های ثانویه در شرایط خلأ با حداکثر ولتاژ ۳۰ کیلوولت استفاده شد.

اندازه‌گیری میزان اصطکاک بازوی الاستیکی اندازه‌گیری می‌شود. ضریب سایش ماده و پین از طریق ارزیابی میزان از بین رفتن ماده در طول آزمایش به دست می‌آید. برای بررسی سایش، یک پین فولادی ۵۲۱۰ استفاده می‌شود. نوک پین به صورت نیم‌کره به قطر ۵ میلی‌متر در تماس با نمونه قرار دارد. آزمون سایش در شرایط لغزشی بدون ماده روانکار در محدوده در دمای محیط (۲۵ درجه سانتی‌گراد)، رطوبت ۲۵ الی ۳۵ درصد، نیروی عمودی ۱ کیلوگرم و سرعت خطی سایش ۰/۱ متر بر ثانیه و شعاع مسیر سایش ۵ میلی‌متر در مسافت ۵۰۰ متر انجام می‌شود.

تغییرات وزن پس از ۵۰۰ متر توسط ترازوی سه رقم اعشار بررسی شد. نرخ سایش از رابطه (۱) محاسبه شد [۱۸]:

$$w_f = \frac{\Delta m}{\rho \times l} \quad (1)$$

که در این رابطه w_f نرخ سایش، Δm تغییرات وزن قبل و بعد از آزمون، l مسافت سایش و ρ چگالی ماده مورد بررسی هستند. در حین انجام آزمون، نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش توسط نرم‌افزار متصل به دستگاه ثبت شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ریزساختار مواد اولیه

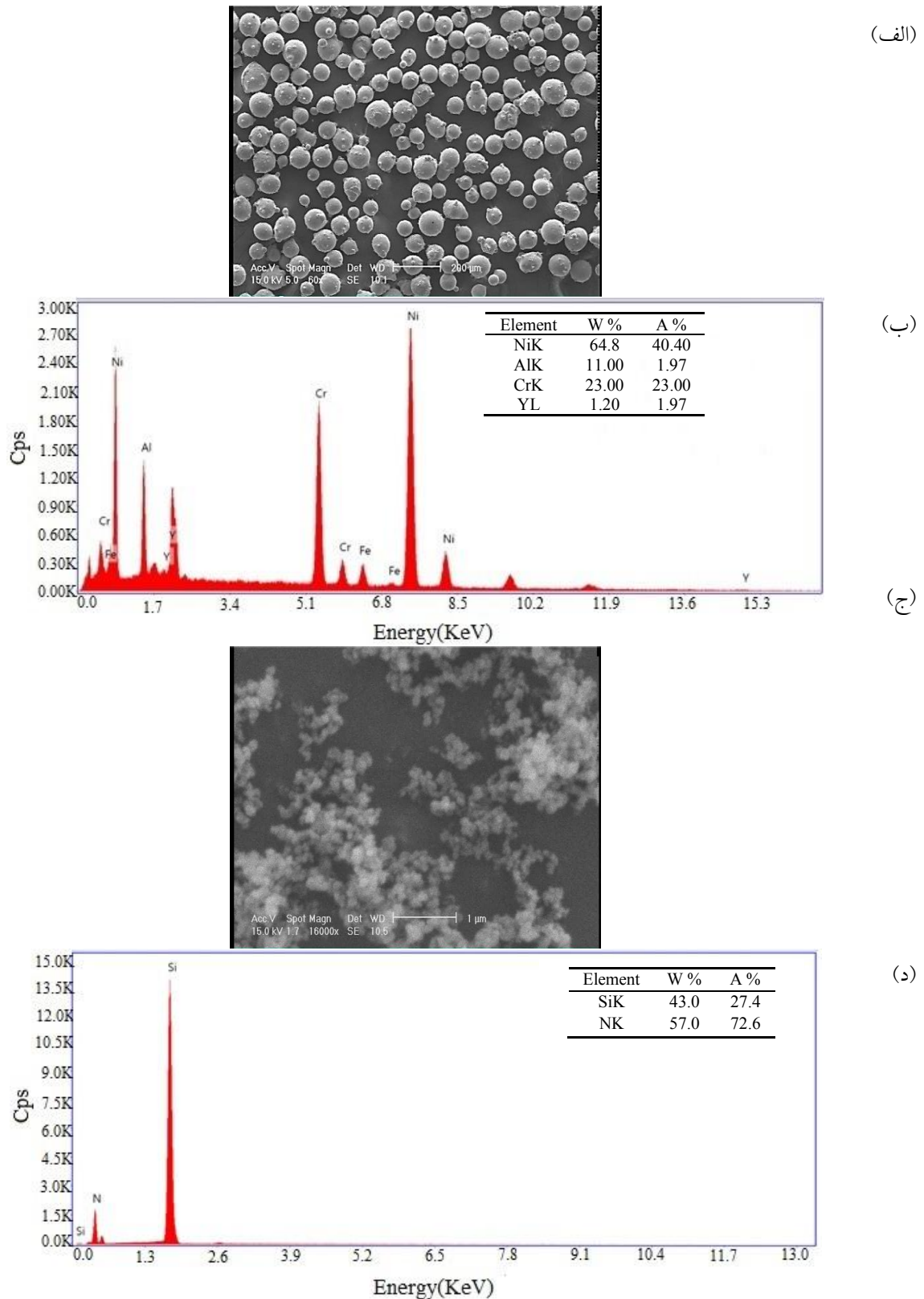
شکل (۱- الف و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ذرات پودر NiCrAlY نشان داده شده است. مطابق این شکل، ذرات پودر NiCrAlY دارای مورفولوژی کروی و اندازه اکثر ذرات پودری در محدوده ۴۰ الی ۱۲۰ میکرون است. شکل (۱- ب)، آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی اشعه ایکس از ذرات پودر NiCrAlY را نشان می‌دهد که ترکیب شیمیایی آلیاژ NiCrAlY دارای عناصر نیکل (۶۸/۴ درصد وزنی)، کروم (۲۳/۰۰ درصد وزنی)، آلومینیوم (۱۱/۰۰ درصد وزنی) و ایتیریم (۱/۲۰ درصد وزنی) است.

شکل (۱- ج و د) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نانو پودر Si₃N₄ را نشان می‌دهد. بر این اساس تصویر نانو پودر

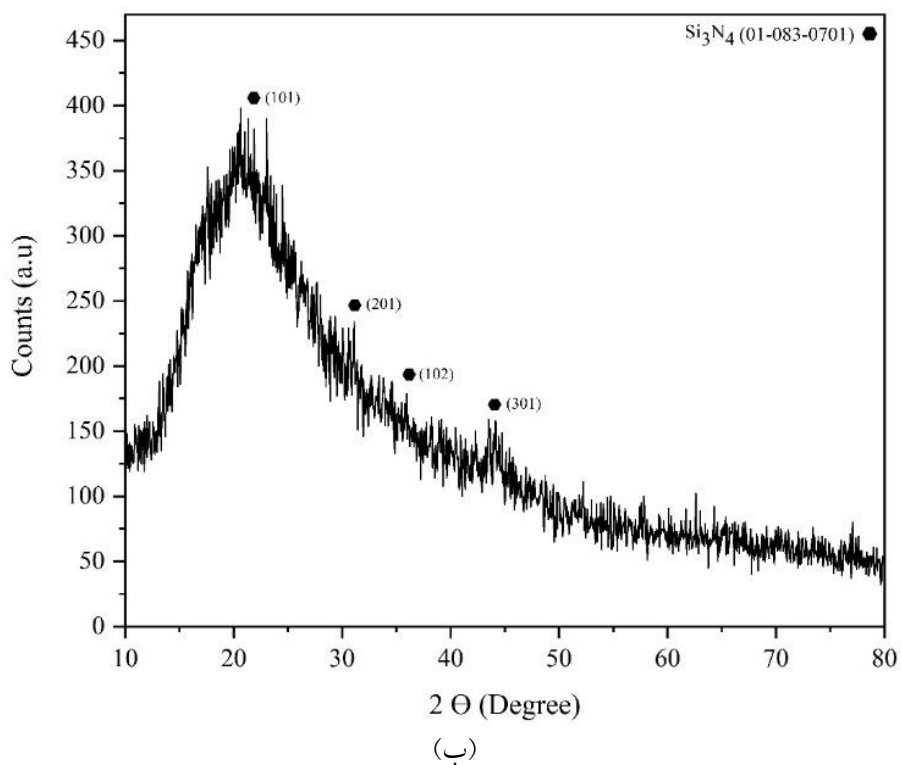
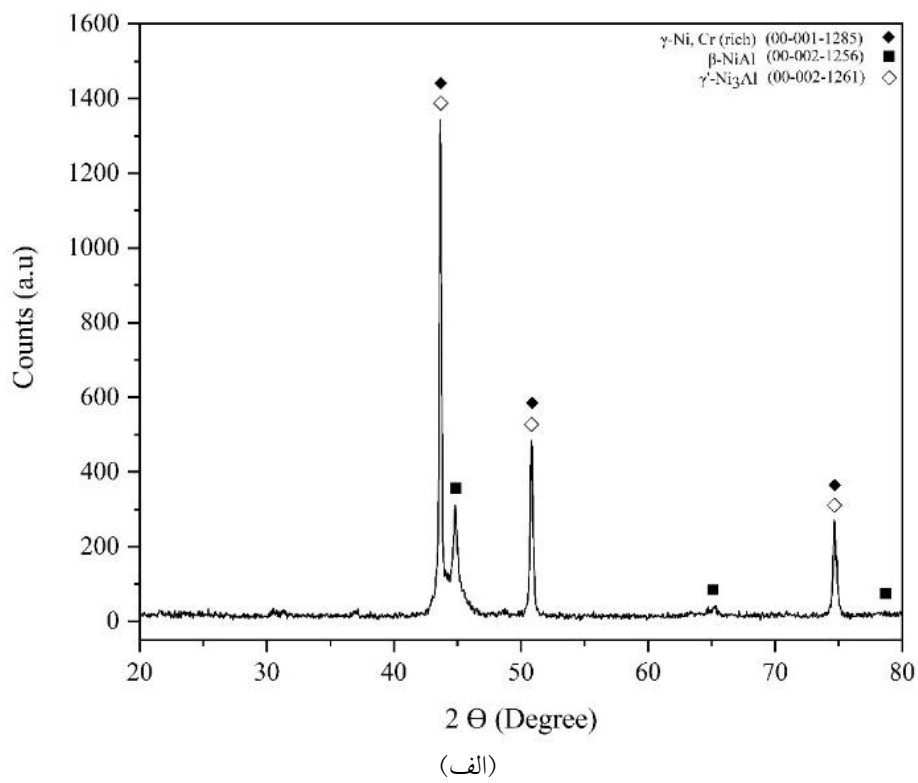
شکل (۲- الف و ب) الگوی پراش اشعه ایکس پودر NiCrAlY و نانو پودر Si₃N₄ را نشان می‌دهد. مطابق شکل (الف) ترکیب NiCrAlY یک آلیاژ چندفازی است که دارای فازهای محلول جامد غنی از کروم γ ، γ -Ni₃Al و β -NiAl است. بر اساس شکل ۲ (ب)، ساختار آمورف در پودر Si₃N₄ وجود دارد. همچنین، در بعضی زوایا مانند ۲۰/۷۵، ۲۲/۸۸، ۳۰/۹۶، ۴۳/۴۲ و ۳۸/۸۵ درجه فاز بلورین β -Si₃N₄ (منطبق بر کارت اشعه ایکس ۰۵۵۴-۰۷۴ با ساختار هگزاگونال) ظاهر شده است.

۳-۲- آسیاب‌کاری پودر NiCrAlY

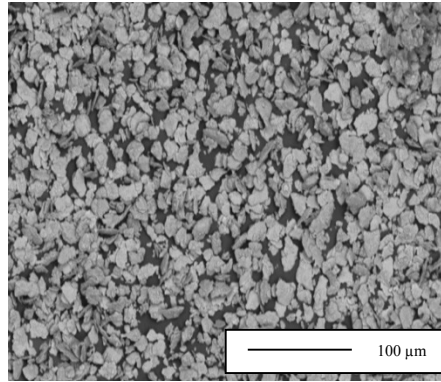
شکل (۳- الف و ج) به ترتیب تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، آنالیز طیف‌بینی انرژی اشعه ایکس و الگوی پراش اشعه ایکس پودر NiCrAlY بعد از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری را نشان می‌دهد. مطابق شکل (الف)، با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۲۰ ساعت اندازه ذرات به زیر ۱۰ میکرون کاهش یافت. در شکل (ب) آنالیز انجام گرفته، حضور عناصر نیکل، کروم، آلومینیوم و ایتیریم را تأیید می‌کند؛ نیکل (۵۹/۸۴ درصد وزنی)، کروم (۲۲/۷۸ درصد وزنی)، آلومینیوم (۹/۹۵ درصد وزنی) و ایتیریم (۱/۱۸ درصد وزنی) و ناخالصی دیگر همچون آهن در پودر مشاهده شده است که احتمالاً از گلوله‌ها و ظرف آسیاب مکانیکی وارد پودر کامپوزیتی شده است. در ادامه در شکل (ج) الگوی پراش اشعه ایکس از پودر NiCrAlY بعد از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری را نشان می‌دهد. در این الگو فقط قله‌های مشخصه فاز γ وجود دارد. احتمالاً به دلیل کرنش وارده حین آسیاب‌کاری و پهن‌شدگی قله‌ها، قله‌های Ni و Ni₃Al با یکدیگر هم‌پوشانی کرده است.



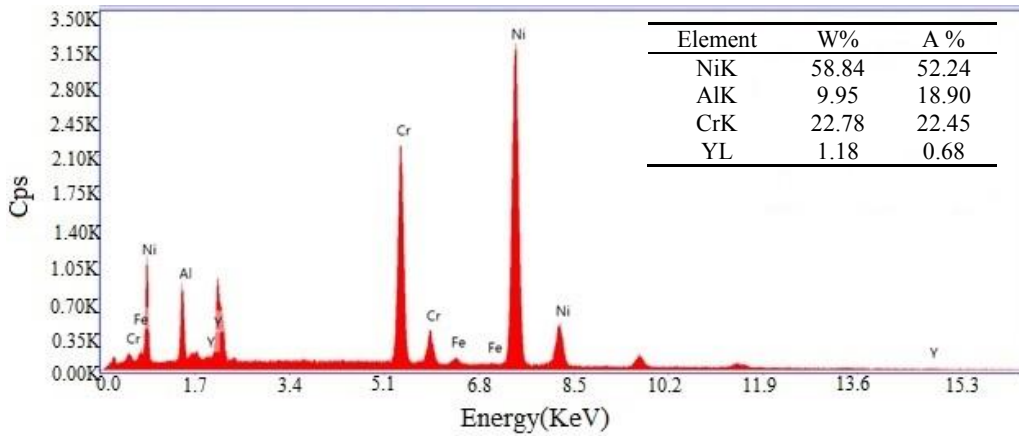
شکل ۱- (الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودر اولیه NiCrAlY، (ب) طیف انرژی اشعه ایکس از پودر اولیه NiCrAlY، (ج) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نانو پودر Si_3N_4 و (د) طیف انرژی اشعه ایکس از نانو پودر Si_3N_4 .



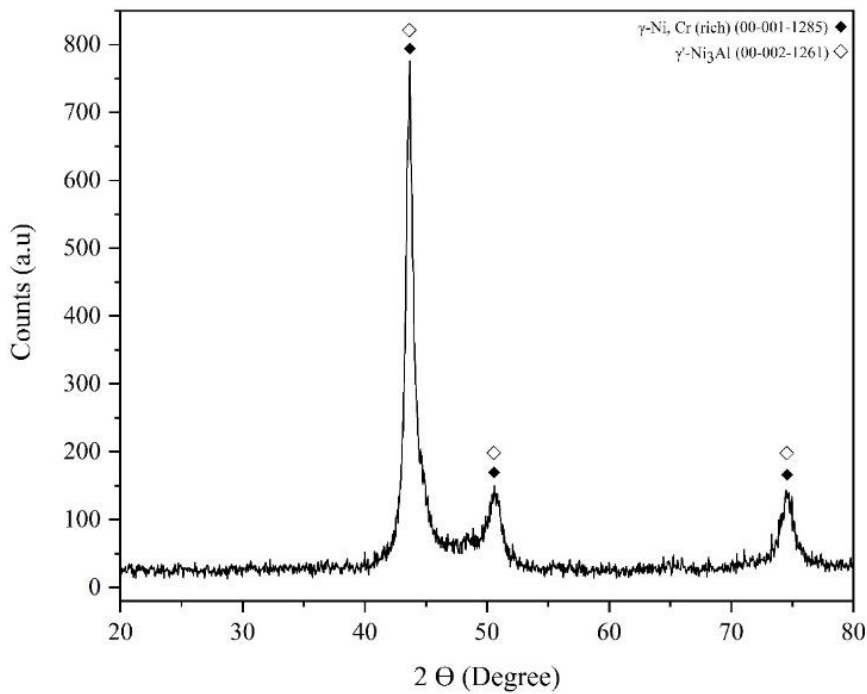
شکل ۲- الگوهای پراش اشعه ایکس پودر: الف) NiCrAlY اولیه و ب) نانوپودر Si₃N₄.



(الف)

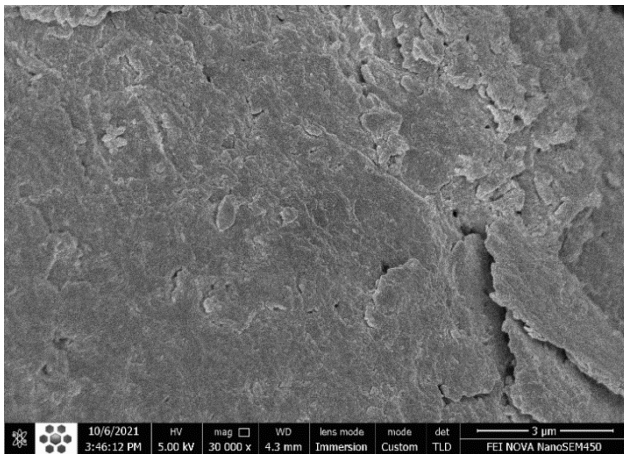


(ب)

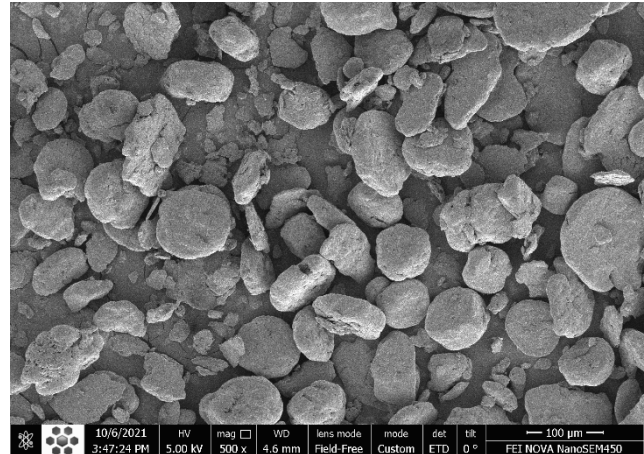


(ج)

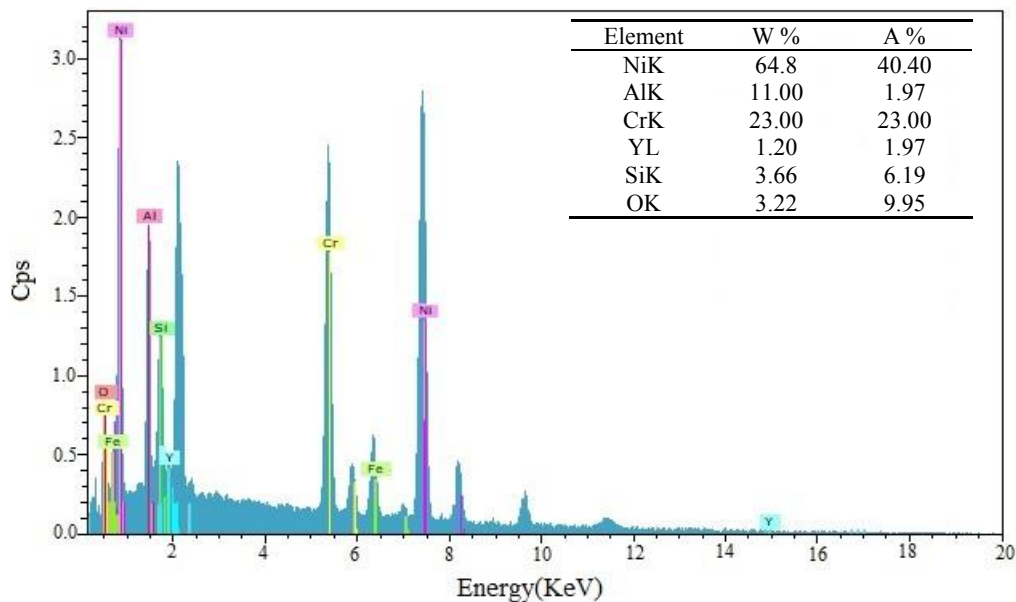
شکل ۳- الف) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، ب) طیف انرژی اشعه ایکس و ج) الگوی پراش اشعه ایکس پودر NiCrAlY آسیاب‌کاری شده به مدت ۲۰ ساعت.



(ب)



(الف)



(ج)

شکل ۴- (الف و ب) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با بزرگنمایی‌هایی مختلف،

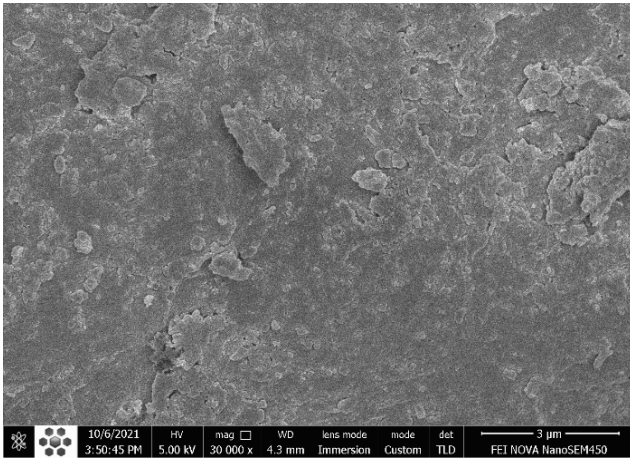
(ج) طیف انرژی اشعه ایکس از مخلوط پودری $\text{NiCrAlY}/ 1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$.

وزنی) و ایتیریم (۲/۴۹ درصد وزنی) اکسیژن (۳/۲۲ درصد وزنی) است.

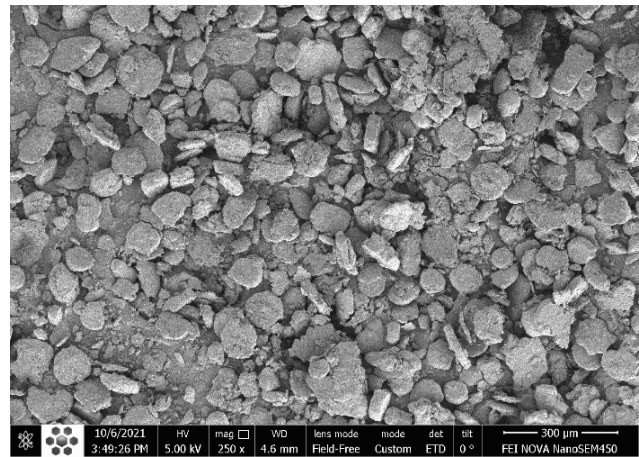
شکل (۵- الف و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و (ج) آنالیز طیف‌بینی تفکیک انرژی اشعه ایکس از پودرهای مخلوط شده نمونه $\text{NiCrAlY}/ 3\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ را نشان می‌دهد. در شکل (ج) حضور عناصر نیکل، کروم، آلومینیوم و ایتیریم تأیید می‌شود؛ نیکل (۵۴/۸۳ درصد وزنی)، کروم (۲۲/۸۸ درصد وزنی)، آلومینیوم (۱۰/۴۰ درصد وزنی)، سیلیسیم (۳/۶۶ درصد

۳-۳- مخلوط کردن پودرهای اولیه $\text{NiCrAlY-Si}_3\text{N}_4$

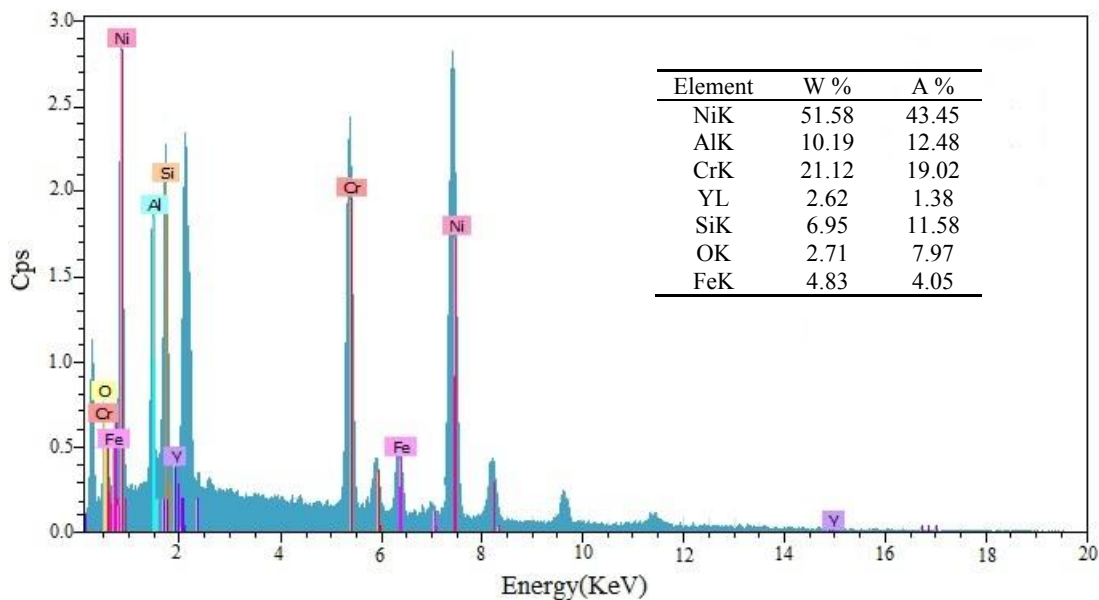
شکل (۴- الف و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و (ج) آنالیز طیف‌بینی تفکیک انرژی اشعه ایکس از پودرهای مخلوط شده نمونه $\text{NiCrAlY}/ 1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ را نشان می‌دهد. در شکل (ج) حضور عناصر نیکل، کروم، آلومینیوم و ایتیریم تأیید می‌شود؛ نیکل (۵۴/۸۳ درصد وزنی)، کروم (۲۲/۸۸ درصد وزنی)، آلومینیوم (۱۰/۴۰ درصد وزنی)، سیلیسیم (۳/۶۶ درصد



(ب)



(الف)



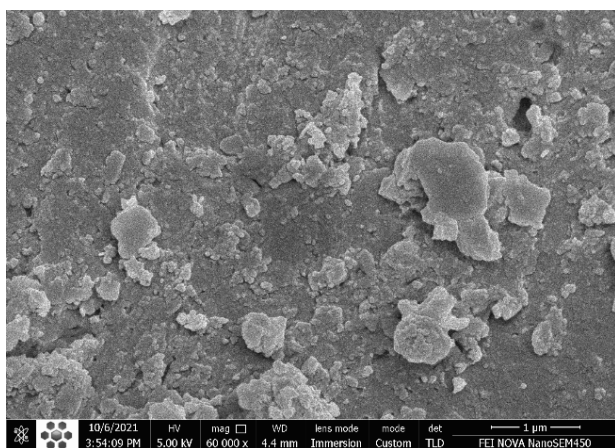
(ج)

شکل ۵- (الف و ب) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با بزرگنمایی‌های مختلف، (ج) آنالیز طیف‌بینی تفکیک انرژی اشعه ایکس از مخلوط پودر $\text{NiCrAlY}/3\text{wt Si}_3\text{N}_4$.

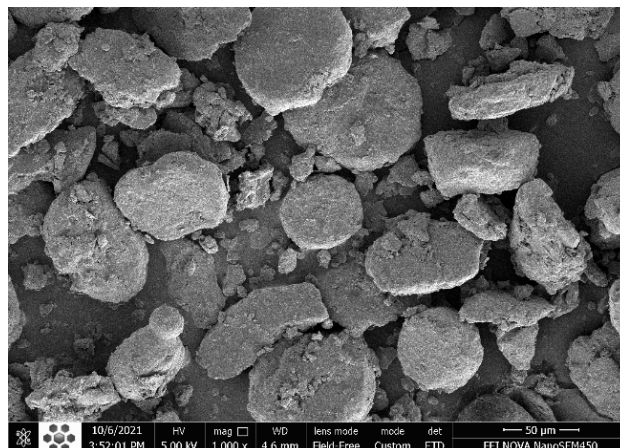
پودرهای مخلوط شده نمونه $\text{NiCrAlY}/5\text{wt Si}_3\text{N}_4$ را نشان می‌دهد. در شکل (ج) مطابق با این آنالیز انجام گرفته، حضور عناصر نیکل، کروم، آلومینیوم و ایتریوم تأیید می‌شود؛ نیکل (۵۱/۰۱ درصد وزنی)، کروم (۲۲/۹۲ درصد وزنی)، آلومینیوم (۱۰/۰۱ درصد وزنی)، سیلیسیم (۶/۳۶ درصد وزنی) و ایتریوم (۱/۹۴ درصد وزنی)، اکسیژن (۳/۷۲ درصد وزنی) و ناخالصی دیگر همچون آهن در پودر مشاهده شده است که

(۲۲/۱۲ درصد وزنی)، آلومینیوم (۱۰/۱۹ درصد وزنی)، سیلیسیم (۶/۹۵ درصد وزنی) و ایتریوم (۲/۶۲ درصد وزنی) و ناخالصی دیگر همچون آهن در پودر مشاهده شده است که احتمالاً از گلوله‌ها و ظرف آسیاب مکانیکی وارد پودر کامپوزیتی شده است.

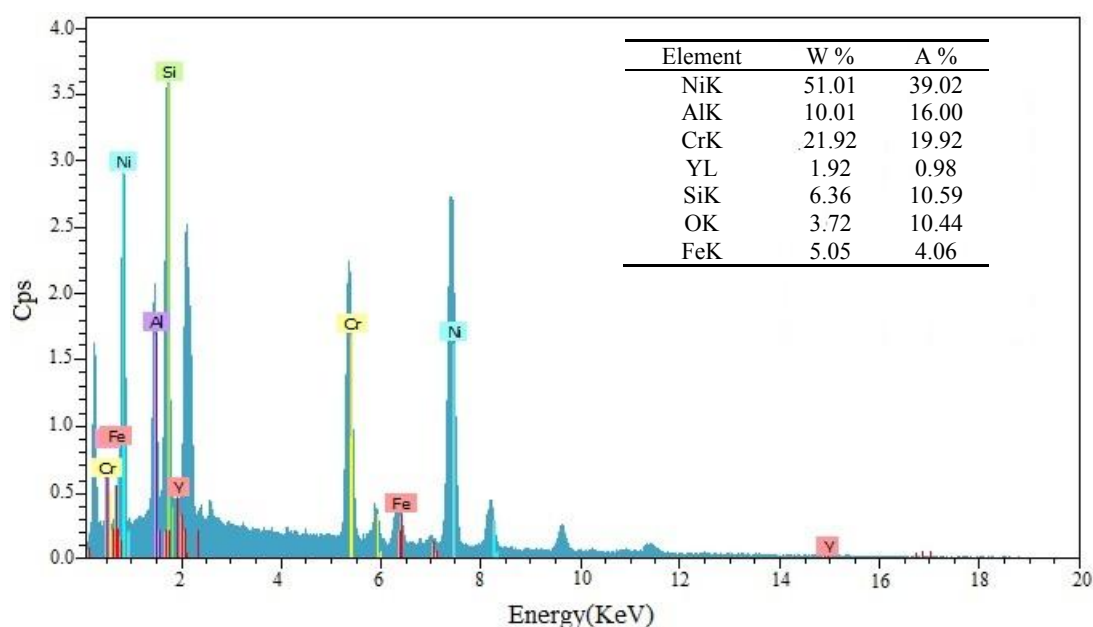
شکل ۶- (الف و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و (ج) آنالیز طیف‌بینی تفکیک انرژی اشعه ایکس از



(ب)



(الف)



(ج)

شکل ۶- الف و ب) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با بزرگنمایی‌هایی مختلف،

ج) طیف انرژی اشعه ایکس از مخلوط پودر $\text{NiCrAlY}/5\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$.

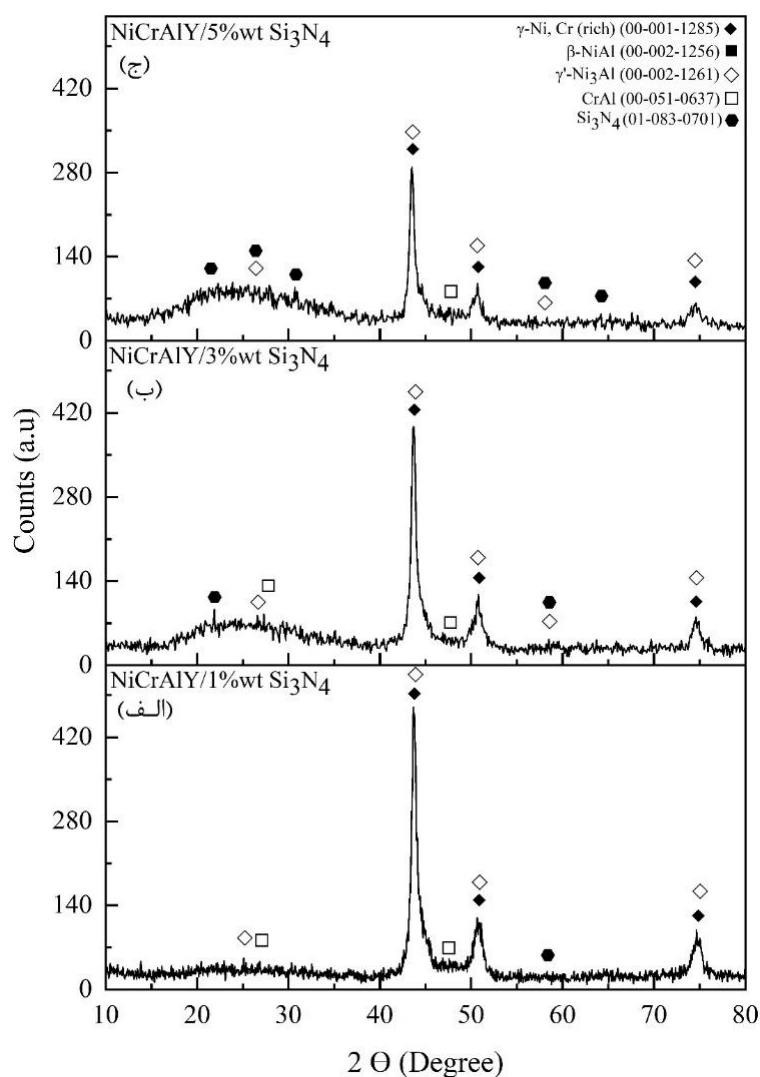
Ni_3Al و اما فاز Si_3N_4 به دلیل آمورف بودن و درصد کم در این آنالیز دیده نشده است.

۳-۴- مشخصه‌یابی نمونه‌های تف‌جوشی شده

شکل (۸) الگوی پراش اشعه ایکس تهیه شده از نمونه‌های کامپوزیتی $\text{NiCrAlY}/\text{Si}_3\text{N}_4$ تف‌جوشی شده با درصد‌های مختلف را نشان می‌دهد. بررسی الگوی پراش اشعه ایکس نشان

احتمالاً از گلوله‌ها و ظرف آسیاب مکانیکی وارد پودر کامپوزیتی شده است.

شکل (۷- الف و ج) الگوهای پراش اشعه ایکس مربوط به مخلوط‌های پودری $\text{NiCrAlY}/1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ ، $\text{NiCrAlY}/3\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ و $\text{NiCrAlY}/5\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ را نشان می‌دهد. بررسی الگوی پراش پرتو ایکس نشان داد که ترکیب $\text{NiCrAlY}/\text{NiCrAlY}$ به‌صورت چندفازی است که دارای فازهای (Ni,Cr rich)،



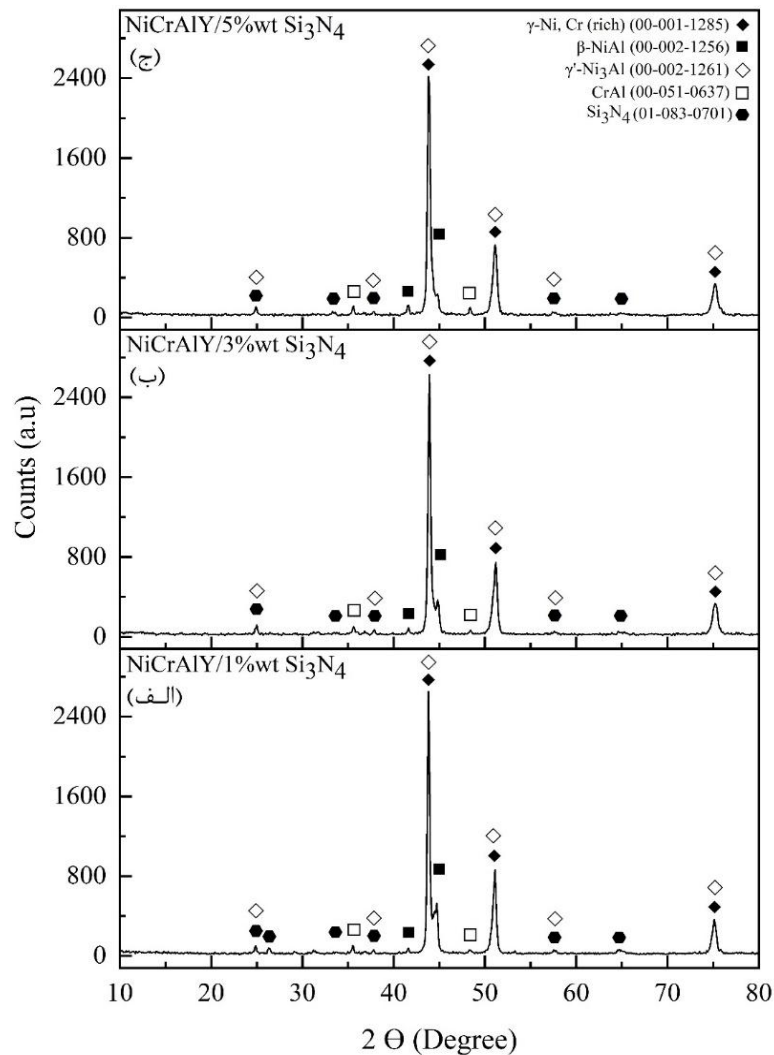
شکل ۷- الگوهای پراش اشعه ایکس از مخلوط‌های پودری: الف) NiCrAlY/ ۱/wt Si₃N₄، ب) NiCrAlY/ ۳/wt Si₃N₄ و ج) NiCrAlY/ ۵/wt Si₃N₄ پس از آسیاب‌کاری به مدت ۲۰ ساعت.

برای مقایسه چگالی قطعات تفجوشی شده، از روش ارشمیدس استفاده شد. چگالی نمونه (الف) برابر با ۱۰۰ درصد و چگالی نمونه (ب)، برابر با ۹۸ درصد بود. چگالی نمونه (ج)، برابر با ۹۴ درصد بود. در نمونه (الف) چگالی نسبی بالاتری نسبت به نمونه (ب و ج) دارد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که افزایش دمای تفجوشی و Si₃N₄ تأثیر قابل توجهی در پایین آمدن چگالی قطعات تفجوشی شده دارد.

داد که ترکیب NiCrAlY به صورت چندفازی است و دارای فاز محلول جامد γ-Ni(Cr) و ترکیبات بین فلزی β-NiAl تشکیل شده و در بعضی موارد ذرات γ'-Ni₃Al نیز در زمینه تشکیل می‌شود. پس از فرآیند تفجوشی محتوای γ'-Ni₃Al در مقایسه با فازهای موجود افزایش یافت.

۳-۵- چگالی نمونه‌های نانوکامپوزیتی NiCrAlY-Si₃N₄

تفجوشی شده



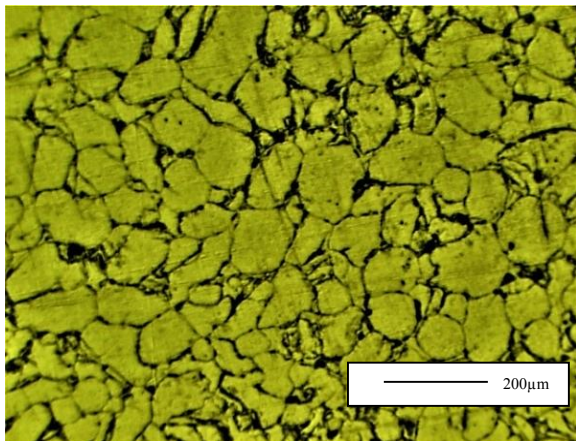
شکل ۸- الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌های تف‌جوشی شده نانوکامپوزیت:

(الف) NiCrAlY/ ۱٪wt Si₃N₄، (ب) NiCrAlY/ ۳٪wt Si₃N₄ و (ج) NiCrAlY/ ۵٪wt Si₃N₄.

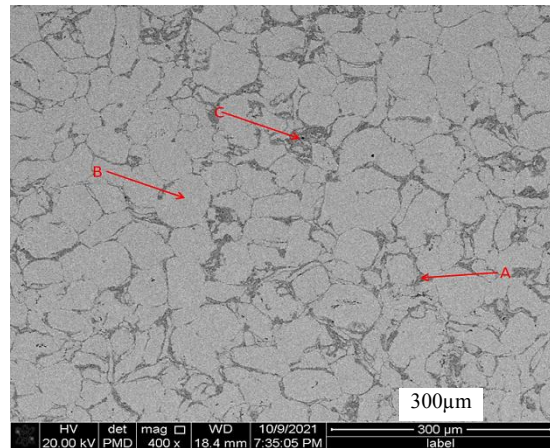
۳-۶- بررسی سختی سنجی

هر چه مقدار چگالی نسبی قطعات بیشتر گردد، میزان سختی نمونه‌ها نیز افزایش می‌یابد. سختی ویکرز آلیاژ NiCrAlY برابر با ۴۱۸ است [۱۶]. با اضافه کردن ۱ درصد Si₃N₄ سختی ۶۱۴ ویکرز افزایش می‌یابد؛ همچنین با افزایش درصد وزنی Si₃N₄ به ۵ درصد وزنی، سختی از ۶۱۴ به ۵۴۳ ویکرز کاهش می‌یابد؛ که دلیل آن با توجه به بررسی ریزساختاری و کاهش چگالی نسبی از ۹۸ درصد به حدود ۹۴ درصد، مربوط به ایجاد تخلخل در این نمونه‌ها است. شایان ذکر است با افزودن ۳ درصد وزنی

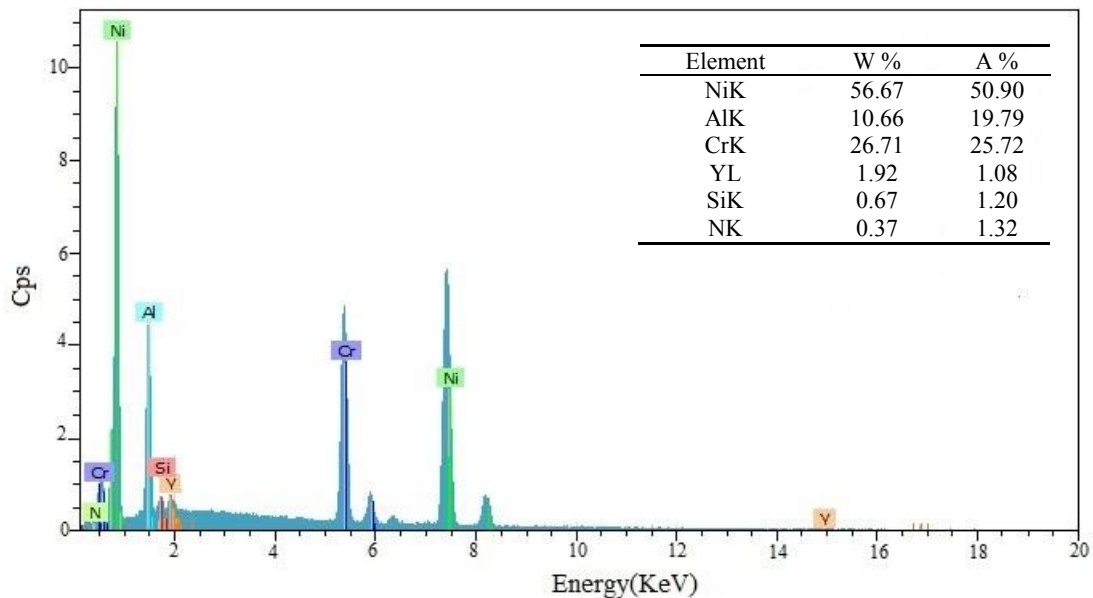
Al₂O₃ به NiCrAlY فدار سختی به ۴۵۳/۸ ویکرز می‌رسد [۲۴]. همچنین، با افزودن Mo-Ag به آلیاژ مذکور میزان سختی به ۲۹۷/۴ ویکرز کاهش می‌یابد. علت کاهش افزایش تخلخل سازه مورد بحث است [۲۵]. در پژوهش دیگری، مشخص شد افزودن nanoSi₃N₄-Gr به NiCrAlY منجر به افزایش سختی به مقدار ۵۷۱ ویکرز شد [۱۸]. بنابراین با توجه به مقایسه نتایج حاصله از پژوهش‌های پیشین و سختی نمونه‌های مورد پژوهش، افزودن ۱ الی ۵ درصد Si₃N₄ به زمینه NiCrAlY مطلوب است.



(ب)



(الف)



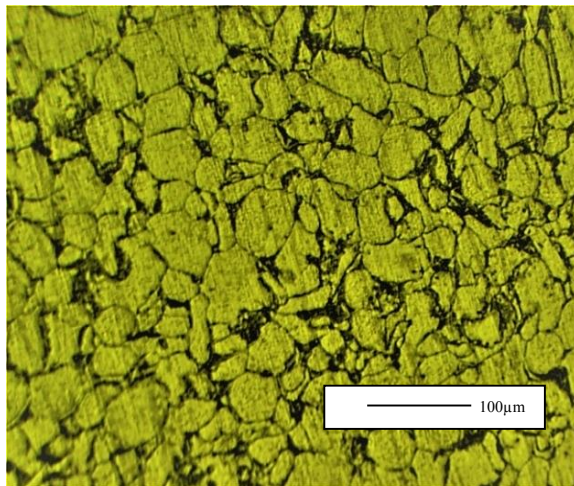
(ج)

شکل ۹- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، ب) تصویر میکروسکوپی نوری سطح مقطع نمونه تفجوشی شده و ج) طیف انرژی اشعه ایکس نمونه $\text{NiCrAlY}/ 1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ در دمای 1100°C درجه سانتی‌گراد.

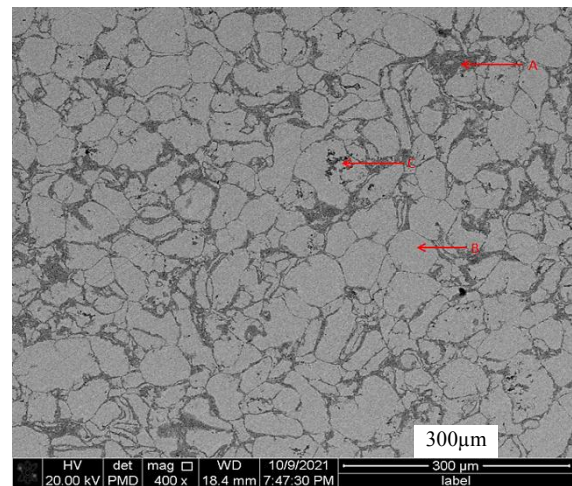
مانند منطقه B در این تصویر مربوط به فاز نیکل است و مناطق C در این تصویر غنی از عنصر آلومینیوم است که این مناطق احتمالاً مربوط به فاز نیکل آلومینیوم است. رنگ در تصویر با اضافه کردن ۱ درصد نیتريد سیلیکون بسیار کم است.

شکل (۱۰- الف، ب و ج) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و میکروسکوپی نوری سطح مقطع نمونه تفجوشی

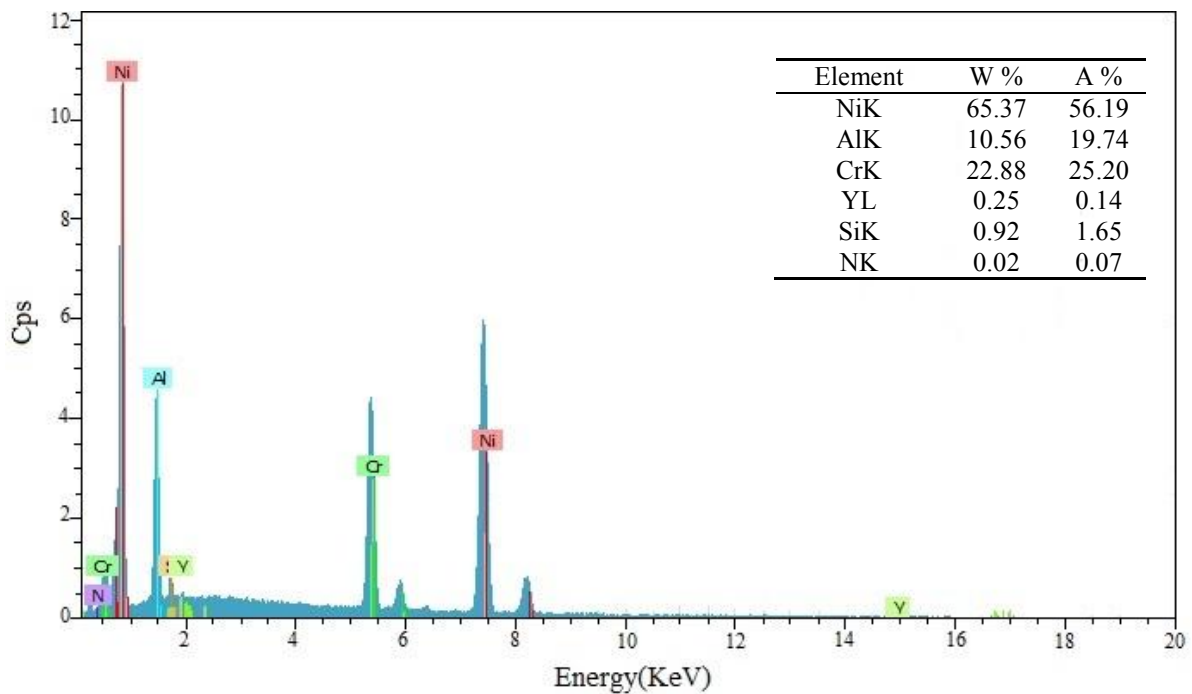
۳-۷- ارزیابی ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده
شکل (۹- الف، ب و ج) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و میکروسکوپی نوری سطح مقطع نمونه تفجوشی شده و طیف تفکیک انرژی اشعه ایکس برای نمونه $\text{NiCrAlY}/ 1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ نشان داده شده است. با توجه به این تصاویر، منطقه A خاکستری رنگ غنی از عنصر کروم است و مناطق روشن‌تر



(ب)



(الف)

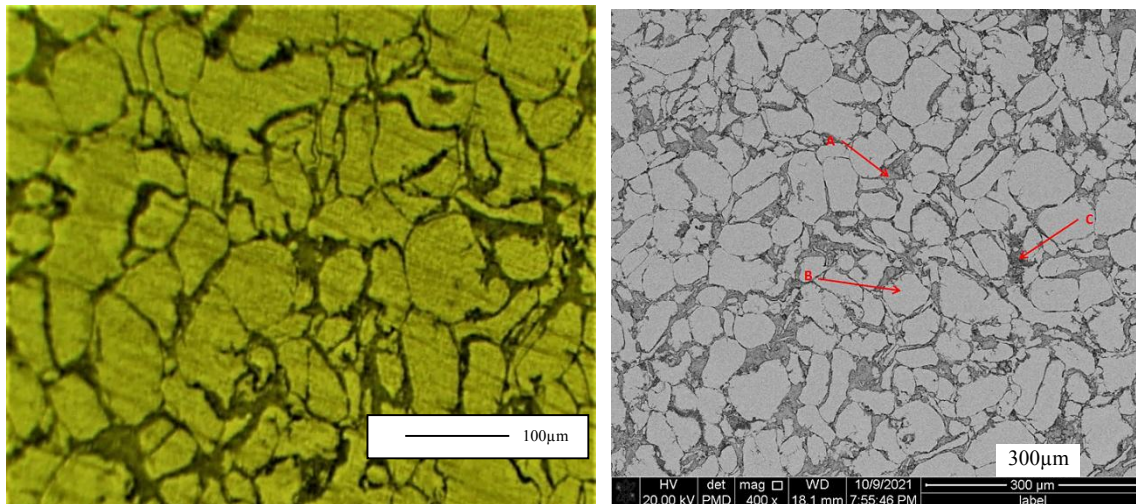


(ج)

شکل ۱۰- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، ب) تصویر میکروسکوپ نوری سطح مقطع نمونه تف‌جوشی شده و ج) طیف انرژی اشعه ایکس نمونه $\text{NiCrAlY}/3\text{wt Si}_3\text{N}_4$ در دمای 1100°C درجه سانتی‌گراد.

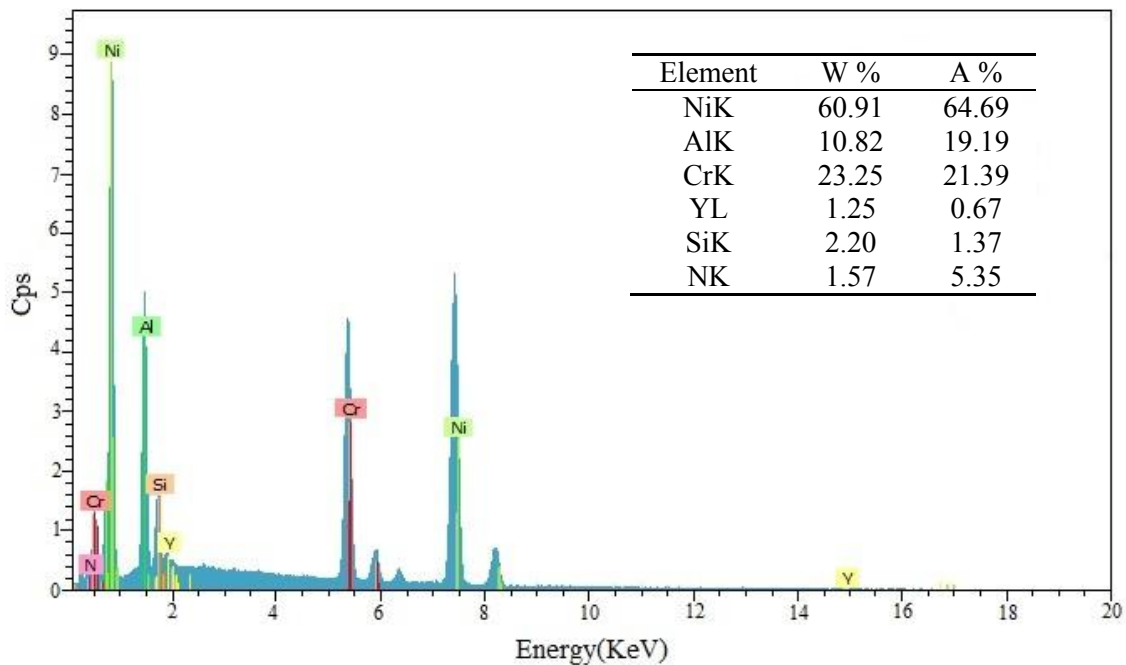
C در این تصویر غنی از عنصر آلومینیوم است که این مناطق احتمالاً مربوط به فاز نیکل آلومینیوم است. با اضافه کردن ۳ درصد نیتريد سيلکون، در نمونه تف‌جوشی شده، میزان تخلخل نسبت به نمونه اول بیشتر است.

شده و طیف تفکیک انرژی اشعه ایکس نمونه $\text{NiCrAlY}/3\text{wt Si}_3\text{N}_4$ نشان داده شده است. با توجه به این تصاویر، منطقه A خاکستری رنگ غنی از عنصر کروم است و مناطق روشن‌تر مانند منطقه B در این تصویر مربوط به فاز نیکل است و مناطق



(ب)

(الف)

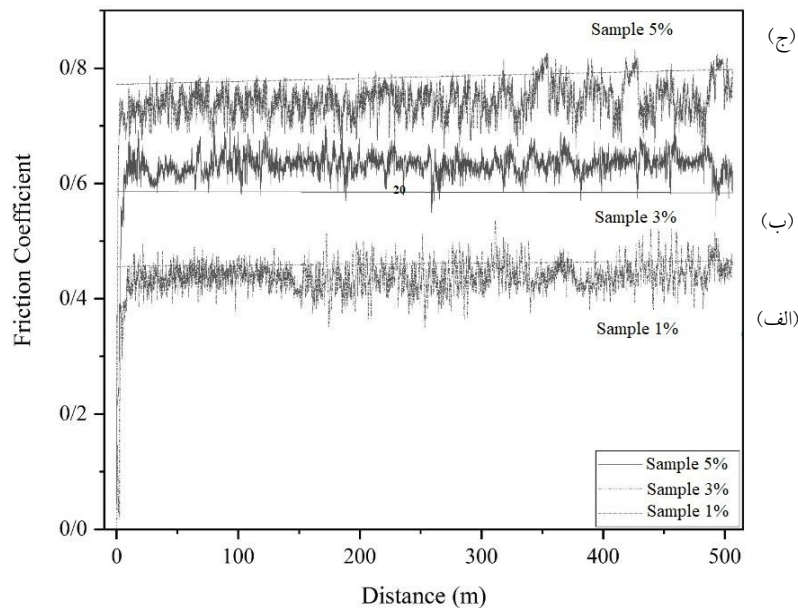


(ج)

شکل ۱۱- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، ب) تصویر میکروسکوپی نوری سطح مقطع نمونه تف‌جوشی شده و ج) طیف تفکیک انرژی اشعه ایکس نمونه $\text{NiCrAlY/ 5/wt Si}_3\text{N}_4$ در دمای 1100°C درجه سانتی‌گراد.

منطقه A خاکستری رنگ غنی از عنصر کروم است و مناطق روشن‌تر مانند منطقه B در این تصویر مربوط به فاز نیکل است و مناطق C در این تصویر غنی از عنصر آلومینیوم است که این مناطق احتمالاً مربوط به فاز نیکل آلومینیوم است. با اضافه کردن

شکل (۱۱- الف، ب و ج) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و میکروسکوپی نوری سطح مقطع نمونه تف‌جوشی شده و طیف تفکیک انرژی اشعه ایکس برای نمونه $\text{NiCrAlY/ 5/wt Si}_3\text{N}_4$ ارائه شده است. با توجه به این تصاویر،



شکل ۱۲- تغییرات ضریب اصطکاک در طول مسیر سایش نمونه‌های تفجوشی شده در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد.

افزودن ۱ تا ۵ درصد سیلیکون نیتريد به زمینه آلیاژ NiCrAlY منجر به کاهش مقاومت به سایش شده است. در این راستا، نرخ سایش نمونه‌های مورد پژوهش نسبت به نمونه اسماعیلی و همکاران [۱۳] با $4/67 \times 10^{-6}$ میلی‌گرم بر متر نرخ سایش بیشتری دارد. زیرا آنها به ساختار کاربیدی دست یافتند. ولی در نمونه‌های مورد بحث ساختار نیتريدی تشکیل شده است. شایان ذکر می‌باشد، نمونه NiCrAlY/ ۱wt Si₃N₄ ضریب اصطکاک بالایی دارد که می‌تواند مربوط به حضور فازهای سخت نیتريدی در نمونه باشد. همچنین، افزودن nanoSi₃N₄-Gr به زمینه مذکور منجر به افزایش نرخ سایش به میزان $4/67 \times 10^{-6}$ میلی‌گرم بر متر می‌شود [۱۸]. ولی افزودن ۳ درصد Al₂O₃ و Mg-Ag منجر به کاهش نرخ سایش شده و به ترتیب برابر $1/2 \times 10^{-5}$ و $2/52 \times 10^{-5}$ میلی‌گرم بر متر است [۲۴ و ۲۵]. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت، انتخاب Si₃N₄ به زمینه NiCrAlY به میزان ۱ تا ۵ درصد برای افزایش مقاومت به سایش گزینه مناسبی است.

مطابق شکل (۱۲) ضریب اصطکاک نمونه نانو کامپوزیتی NiCrAlY-Si₃N₄ در دمای بالا ۲۵ درجه سانتی‌گراد در مسافت‌های ۵۰۰ متر بین ۰/۵ تا ۰/۷ است. دلیل افت اولیه

۵ درصد نیتريد سیلیکون، در نمونه تفجوشی شده و نسبت به نمونه اول و دوم درصد تخلخل بیشتری دارد.

۳-۸- آزمون‌های سایش

نمودار ضریب اصطکاک نمونه در دمای محیط ۲۵ درجه سانتی‌گراد، به صورت تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش در شکل (۱۲- الف، ب و ج)، برای نمونه نانوکامپوزیت تفجوشی شده ارائه شده است. تغییرات ضریب اصطکاک در حین مسافت سایش در اینجا نشان‌دهنده ثابت بودن ضریب اصطکاک در حین آزمون سایش است؛ چرا که ضریب اصطکاک مشاهده شده نوسان کمی داشته و در حدود ۰/۵ تا ۰/۷ ثابت مانده است. نتایج به دست آمده در این پژوهش نشان می‌دهد، نرخ سایش آلیاژ NiCrAlY، $4/24 \times 10^{-5}$ میلی‌گرم بر متر است که با اضافه کردن ۱ درصد سیلیکون نیتريد میزان نرخ سایش در نمونه ۱ درصد سیلیکون نیتريد، $1/42 \times 10^{-5}$ میلی‌گرم بر متر به دست آمد که نسبت به نمونه‌های ۳ و ۵ درصد نرخ سایش کمتری دارد. شایان ذکر است، نرخ سایش نمونه‌های ۳ و ۵ درصد سیلیکون نیتريد به ترتیب برابر $1/48 \times 10^{-5}$ و $1/68 \times 10^{-5}$ میلی‌گرم بر متر است. بنابراین،



شکل ۱۳- تصاویر سایش نمونه‌های: الف) $\text{NiCrAlY}/ 1\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ ، ب) $\text{NiCrAlY}/ 3\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$ و ج) $\text{NiCrAlY}/ 5\% \text{wt Si}_3\text{N}_4$.

همچنین نتایج آزمون سایش نشان داد که با افزایش درصد Si_3N_4 نرخ سایش از $1/42 \times 10^{-5}$ به $1/48 \times 10^{-5}$ میلی‌گرم بر متر افزایش یافته است. شایان توجه است که افزودن ۱ درصد Si_3N_4 به NiCrAlY کاهش جرمی به مقدار $0/0071$ میلی‌گرم نشان می‌دهد. در ادامه، با افزایش درصد وزنی Si_3N_4 (۳ و ۵ درصد) مقدار کاهش جرم به مقدار $0/0074$ و $0/0084$ میلی‌گرم افزایش می‌یابد.

تشکر و سپاسگزاری

مطالعه حاضر با حمایت فنی دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی مالک‌اشتر به انجام رسیده است. بدین وسیله از کلیه کارکنان دانشکده مهندسی مواد بابت حمایت‌های فکر و فنی تقدیر و تشکر می‌شود.

ضریب اصطکاک می‌تواند مربوط به حضور مقادیر خیلی کم فاز اکسید نیکل و اکسید کروم در سطح نمونه تفجوشی شده باشد. دلیل افزایش ضریب اصطکاک در مسافت بالاتر می‌تواند مربوط به اثر فازهای سخت و مقاوم به سایش نیتریدی موجود در نمونه باشد. شکل (۱۳) به ترتیب تصاویر سایش نمونه‌های ۱، ۳ و ۵ درصد نیترید سیلیسیم را نشان می‌دهد.

۴- نتیجه‌گیری

پس از کامپوزیتی کردن آلیاژ NiCrAlY با ذرات تقویت‌کننده Si_3N_4 ثابت شد که با افزودن ۱ درصد Si_3N_4 به NiCrAlY ، سختی نمونه از ۴۱۸ به ۶۱۴ ویکرز افزایش یافت. در ادامه با افزایش درصد Si_3N_4 ، سختی از ۶۱۴ به ۵۴۳ ویکرز کاهش یافت؛ زیرا درصد تخلخل‌های نمونه‌ها بیشتر شده است.

واژه‌نامه

1. Spark Plasma Sintering (SPS)
2. Hot Press
3. Hot Isostatic Press
4. Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)
5. X-Ray Diffractometer Analysis

مراجع

1. Torralba. J.d., Costa. C., Velasco. F., "P/M Aluminum Matrix Composites: A overview", *Journal Of Materials Processing Technology*, Vol. 133, pp. 203-206, 2003.
2. Yang. L., Chen. M., Wang. J., Qiao. Y., Guo. P., Zhu. S., Wang. F., "Microstructure and composition evolution of a single-crystal superalloy caused by elements interdiffusion with an overlay NiCrAlY coating on oxidation", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 45, pp. 49-58, 2020.
3. Nishida. Y., *Introduction to Metal Matrix Composites, Fabrication and Recycling*, Springer Science & Business Media, Japan, 2013.
4. Moskal. G., Niemiec. D., Chmiela. B., Kałamarz. P., Durejko. T., Ziętała. M., Czujko. T., "Microstructural characterization of laser-cladded NiCrAlY coatings on Inconel 625 Ni-based superalloy and 316L stainless steel", *Surface and Coatings*

- Technology*, Vol. 387, pp. 125317-125328, 2020.
5. Shi. P., Wang. W., Wan. S., Gao. Q., Sun. H., Feng. X., Yi. G., Xie. E., Wang. Q., "Tribological performance and high temperature oxidation behaviour of thermal sprayed Ni-and NiCrAlY-based composite coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 405, pp. 126615-126628, 2021.
 6. Mévrel. R., "State of the art on High-temperature corrosion-resistant Coatings ", *Journal Of Materials Science And Engineering*, Vol. 120, pp. 13-24, 1989.
 7. Lakshmi. K., Sogalad. I., Basavarajappa. S., Raghavendra. C., "Optimization of erosive wear parameters on NiCrAlY based nano composite coating by RSM", *Materials Today: Proceedings*, Vol. 46, pp. 763-766, 2021.
 8. Takahashi. R., Assis. J., Neto.F., Mello. A., Reis. D., "Sintering Study of NiCrAlY ", *Journal Of Materials Science And Engineering*, Vol. 899, pp. 478-482, 2017.
 9. Ratel. N., Monceau. D., Estourn. C., "Reactivity and Microstructure Evolution of a CoNiCrAlY/talc Cermet Prepared by Spark plasma Sintering ", *Journal Of Surface And Coatings Technology*, Vol. 205, pp. 1183-1188, 2010.
 10. Cao. S., Shufang. R., Jiansong. Z., Yu. Y., Wang. L., Guo. C., Xin. B., "Influence of Composition and Microstructure on the Tribological Property of SPS Sintered MCrAlY alloys at Elevated Temperatures ", *Journal Of Alloys and Compounds*, Vol. 740, pp. 790-800, 2018.
 11. Liu. J.K., Liang. C.X., "Microstructure Characterization and Mechanical Properties of bulk Nanocrystalline Aluminium Prepared by SPS and follow by high Temperature Extruded Ttechniques ", *Journal Of Materials Letters*. Vol. 206, pp. 95-99, 2017.
 12. Mai. T.T., Ha. C.N., Thuc. H.H., "Preparation of Graphene nano-layer by Chemical Graphitization of Graphite oxide from Exfoliation and Preliminary Reduction, Fullerenes", *Journal Of Carbon Nanostruct*, Vol. 23, pp. 742-749, 2015.
 13. Jhansi Lakshmi. K., Irappa. S., Raghavendra. C., Basavarajappa. S., "High temperature erosive behaviour of plasma sprayed NiCrAlY/B₄C/Cenosphere coating on MDN 321 turbine steel", *Transactions of the IMF*, Vol.1, pp. 1-8, 2022.
 14. Peng. H., "Spark Plasma Sintering of Si₃N₄-Based Ceramics-Sintering Mechanism-Tailoring Microstructure-Evaluating Properties, Doctoral Dissertation Department of Inorganic Chemistry ", Stockholm University, 2004.
 15. Mohamed., F. Xun Y., "Correlations Between the Minimum Grain Size Produced By Milling and Material Parameters ", *Journal Of Materials Science and Engineering: A*, Vol. 354, pp. 133-139, 2003.
 16. Cao. S., Ren. S., Zhou. J., "Influence of Composition and Microstructure on The Tribological Property of SPS Sintered MCrAlY Alloys at Elevated Temperatures ", *Journal Of Alloys and Compounds*, Vol, 740, pp. 790-800, 2018.
 17. Takahashi. R., Assis. J., Neto. FP., Mello. AM., Reis. DAP., "Sintering Study of NiCrAlY ", *Journal Of Materials Science And Eginering*, Vol. 899, pp. 478-482, 2017.
 18. Esmaeeli. Z., Loghman. M., Ramezani. M., "Preparation Of Agglomerate Nanopowder, Sintering And Evaluate The Properties Of NiCrAlY-Nano Si₃N₄-Gr Nanocomposite ", *Journal Of Alloys and Compounds*, Vol. 847, pp. 155802-155813, 2020.
 19. Lakshmi. KP., Irappa Sogalad., Basavarajappa. S., "Study on dry Sliding Wear Behaviour of NiCrAlY/B₄C/cenosphere Composite Coating by RSM method ", *Journal Of Materials Today: Proceedings*, Vol. 39 pp. 758-763, 2021.
 20. Sharma. P., Satpal Sharma. B., Khanduja. D., "Production and Some Properties of Si₃N₄ Reinforced Aluminium alloy Composites ", *Journal Of Asian Ceramic Societies*, Vol. 3 pp. 352-359, 2015.
 21. Suryanarayana. C., "Mechanical alloying and Milling ", *Journal Of Mater Science*, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.
 22. Mhadhbi., M. Khitouni., M. Azabou., M. Kolsi., "A Characterization of Al and Fe Nanosized Powders Synthesized By High Energy Mechanical Milling ", *Journal Of Materials Characterization*, Vol. 59, pp. 944-950, 2007.
 23. El-Eskandarany. M., "Mechanical Alloying for fabrication of Advanced Engineering Materials ", *Journal Of Noyes Publication*, Al Azhar University, USA, 2001.
 24. Bolelli. G., Candeli. A., "Tribology of NiCrAlY+Al₂O₃ Composite Coatings by Plasma Sprayingwith hybrid Feeding of Dry Powder+suspension ", *Journal Of Wear*, Vol. 344, pp. 69-85, 2015.
 25. Li, B., Gao. Y., Jia. J., Han. M., Guo. H., Wang. W., "Influence of Heat Treatments on the Microstrure as Well as Mechanical and Ttribological Properties of NiCrAlY-Mo-Ag Coatings ", *Journal Of Alloys and Compounds*, Vol, 686, pp. 503-51, 2016.

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES BASED ON NiCrAlY ALLOY REINFORCED WITH Si₃N₄ PARTICLES BY SPARK PLASMA SINTERING METHOD

R. Zarei, E. Mohammadsharifi*, M. R. Loghman, M. Ramazani and Kh. Zamani

Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, P.O. Box, 83145/115, Shahin Shahr, Isfahan, Iran

(Received: 31 January 2022; Accepted: 21 June 2022)

ABSTRACT

The present research has examined the effect of adding Si₃N₄ on the mechanical and structural properties of NiCrAlY alloy. The structural and mechanical properties of the manufactured samples were characterized by SEM, XRD, micro-hardness evaluation and pin on disk wear test. Various concentrations of Si₃N₄ powder (1, 3, and 5 wt.%) were mixed with NiCrAlY powder using a mechanical ball mill. Next, the mixtures were sintered at 1100 °C using the spark plasma sintering (SPS) technique. The XRD patterns indicated that the samples were composed of two phases of solid solution γ -Ni(Cr) and intermetallic compounds β -NiAl. The results of micro-hardness measurements showed that adding 1% Si₃N₄ to NiCrAlY enhanced the hardness from 418 to 614 HV. However, with an increase in the Si₃N₄ content from 1 to 5 wt%, the hardness diminished from 614 to 543 HV, and by Adding Si₃N₄ to the NiCrAlY, its tribological properties were significantly improved.

Keywords: NiCrAlY nanocomposite, spark plasma sintering, Si₃N₄.

1. INTRODUCTION

MCrAlY composites (M = Ni, Co) are widely used for their corrosion resistance, heat resistance, and oxidation resistance at high temperatures. The main downside of these composites is their low hardness and wear resistance [1,2]. In this regard, several reports have examined the optimization of hardness and wear resistance of MCrAlY alloy [3-4] as well as spark plasma sintering (SPS) method for high-temperature uses [5-6]. Silveng Kao [7] and Neto et al. [8] applied the SPS method to synthesize MCrAlY composite. The density of 7.2-7.3 g/cm³ and the hardness of 418 Vickers were reported. Esameili et al. [9] also used the SPS method for the synthesis of NiCrAlY-nano Si₃N₄-Gr composite. They enhanced the sample's density to about 99.5% of the theoretical density.

Despite extensive studies performed on NiCrAlY-based composites, there is no comprehensive report on the effect of Si₃N₄ nanoparticles on the mechanical and tribological

properties of this alloy. In this regard, the present study evaluates the effect of adding Si₃N₄ nanoparticles (1-5 wt. %) on the properties of the NiCrAlY alloy.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Materials

Ni-22Cr-10Al-1Y and Si₃N₄ powders with 99% purity were used. The particle size of Ni-22Cr-10Al-1Y and Si₃N₄ powders were in the range of 50-100 μ m and 100-200 nm, respectively.

2.2. Composite preparation

Si₃N₄ powder was added to NiCrAlY powder in various concentrations of 1, 3, and 5 wt. % then mixture was milled for 20 h.

It needs to mention that, in previous studies, only 5 wt. % percent of Si₃N₄ was added to NiCrAlY alloy.

It needs to mention that, in previous studies, only 5 wt. % percent of Si₃N₄ was added to NiCrAlY alloy.

*: E-m-sharifi@mut-es.ac.ir

2.3. Compaction and Sintering

The compaction and sintering process was performed using the SPS device (Model MUT-60 Ton-10000A, Iran). The powders were SPSed at 1100 °C and 40 MPa within 5 min.

2.4. Microstructural assessment

The microstructural and elemental composition of the samples were examined using a scanning electron microscope (SEM, Phillips – X130) equipped with Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS, Seron AIS-2300). X-ray diffraction (ASENWARE, 300AW-XDM) was used to analyze the phase composition of the samples. A universal hardness tester (EMCO-TEST, Austria; model: Dura Scan-70) with a force of 1 kg and a holding time of 15 seconds.

2.5. Wear test

The wear test was performed according to the ASTM G99. Pin on Disc wear test without lubricant, at ambient temperature (25°C), humidity 25-35%, 1 kg normal force, sliding speed of 0.1 m/s, the wear path radius of 5 mm and sliding distance of 500 m was done. Weight changes after 500 m sliding were measured. In this test, a 5210-steel ball with a diameter of 5 mm was used as a pin. During the test, the change of the friction coefficient according to the sliding distance was recorded.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Fig. 1 shows XRD patterns of the nanocomposite powders. The patterns were composed of a solid solution phase of γ -Ni(Cr) and an intermetallic phase of β -NiAl. Also, in some cases, the γ -Ni₃Al phase was formed. Fig. 2 shows SEM image and EDS pattern of the NiCrAlY alloy sample containing 5 wt.% Si₃N₄. The A, B and C regions correspond to the Cr-rich, Ni-rich, and Al-rich phases.

The results revealed that the wear rate of NiCrAlY alloy containing 1 wt.% Si₃N₄ was 4.24×10^{-5} mg/m. The wear rate of samples including 3 and 5 wt.% Si₃N₄ were 1.48 and 1.68×10^{-5} , respectively. Thus, the addition of 1-5 wt.% Si₃N₄ to the NiCrAlY alloy led to a decrease in the wear rate of NiCrAlY. In this regard, the wear rate of the synthesized samples compared to the samples of Esameili et al. [9] with 4.67×10^{-6} mg/g Si₃N₄, revealed a higher wear rate. This is

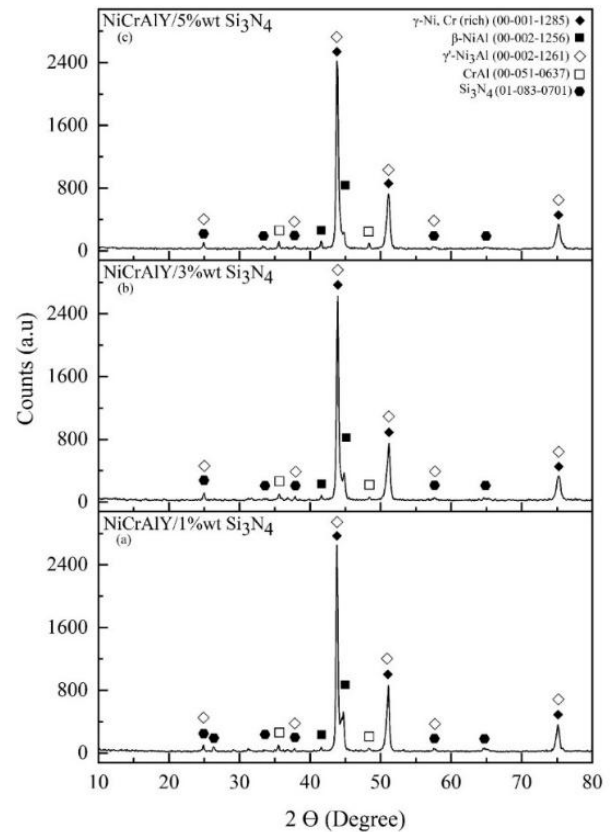


Fig. 1. The XRD patterns of (a) NiCrAlY/Si₃N₄ 1 wt.%, (b) NiCrAlY/Si₃N₄ 3 wt.%, and (c) NiCrAlY/Si₃N₄ 5 wt.% nanocomposites.

because they reached a carbide structure, however nitride structure was formed in the samples of this research. The sample containing 1 wt.% Si₃N₄, showed a high coefficient of friction which could be related to the presence of hard nitride phases in the structure. Also, the addition of nanoSi₃N₄-Gr to the substrate led to an increase in the wear rate to 4.67×10^{-6} mg/g [10]. However, the addition of 3 wt.% Al₂O₃ and Mg-Ag resulted in the reduction of the wear rate (1.2 and 2.52×10^{-5} mg/g, respectively) [11,12]. It could be concluded that the addition of Si₃N₄ to the NiCrAlY could enhance the wear resistance.

The higher the relative density of the parts, the higher the hardness of the samples. The Vickers hardness of NiCrAlY alloy is equal to 418 [1]. Adding 1% Si₃N₄ increases the Vickers hardness to 614; Also, by increasing the weight percentage of Si₃N₄ to 5% by weight, the hardness decreases from 614 to 543 Vickers; It could be related to the creation of porosity in these samples according to the microstructures and the decrease in relative density from 98% to about 94%. It is worth

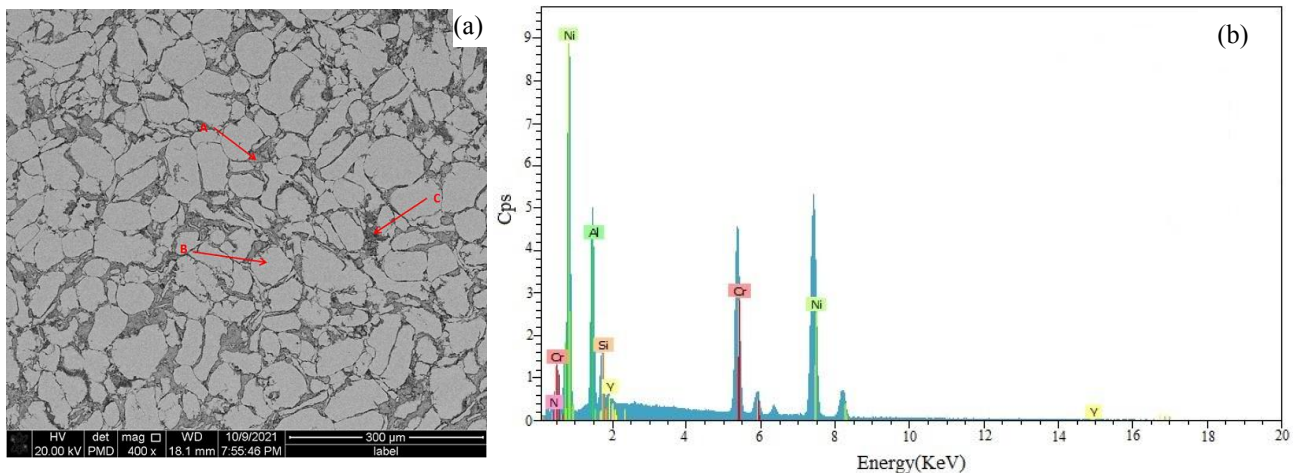


Fig. 2. (a) SEM image and (b) EDS pattern of the NiCrAlY/Si₃N₄ 5 wt.% nanocomposite.

mentioning that by adding 3% by weight of Al₂O₃ to NiCrAlY, the hardness value reaches 453.8 Vickers [4]. Also, by adding Mo-Ag to the mentioned alloy, the hardness level decreases to 297.4 Vickers [12]. Therefore, according to the comparison of the results obtained from previous researches and the hardness of the researched samples, it is desirable to add 1 to 5% Si₃N₄ to the NiCrAlY base.

4. CONCLUSIONS

The results indicated that the samples were composed of two phases of γ -Ni(Cr) and β -NiAl. Also, the wear test showed that the wear rate increased with an increase in the Si₃N₄ percentage.

ACKNOWLEDGEMENTS

The present study has been performed with the technical support of the Faculty of Metallurgy Engineering of Malek Ashtar University of Technology. The authors highly appreciate all staff at this faculty for technical support.

CONFLICT OF INTERESTS

The authors declare that this article has been written by themselves with the financial support of Malek Ashtar University of Technology and has not been published elsewhere.

REFERENCES

1. Nishida. Y., *Introduction to Metal Matrix Composites, Fabrication and Recycling*, Springer Science & Business Media, Japan, 2013.
2. Moskal. G., Niemiec. D., Chmiela. B., Kałamarz. P., Durejko. T., Ziętała. M., Czujko. T., "Microstructural characterization of laser-cladded NiCrAlY coatings on Inconel 625 Ni-based superalloy and 316L stainless steel", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 387, pp. 125317-125328, 2020.
3. Shi. P., Wang. W., Wan. S., Gao. Q., Sun. H., Feng. X., Yi. G., Xie. E., Wang. Q., "Tribological performance and high temperature oxidation behaviour of thermal sprayed Ni-and NiCrAlY-based composite coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 405, pp. 126615-126628, 2021.
4. Mévrel. R., "State of the art on High-temperature corrosion-resistant Coatings", *Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 120, pp. 13-24, 1989.
5. Lakshmi. K., Sogalad. I., Basavarajappa. S., Raghavendra. C., "Optimization of erosive wear parameters on NiCrAlY based nano composite coating by RSM", *Materials Today: Proceedings*, Vol. 46, pp. 763-766, 2021.
6. Takahashi. R., Assis. J., Neto. F., Mello. A., Reis. D., "Sintering Study of NiCrAl_(b)", *Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 899, pp. 478-482, 2017.
7. Liu. J.K., Liang. C.X., "Microstructure Characterization and Mechanical Properties of Bulk Nanocrystalline Aluminum Prepared by SPS and followed by high Temperature Extruded Techniques", *Journal of Materials Letters*. Vol. 206, pp. 95-99, 2017.
8. Mai. T.T., Ha. C.N., Thuc. H.H., "Preparation of Graphene nano-layer by Chemical Graphitization of Graphite oxide from Exfoliation and Preliminary Reduction,

- Fullerenes”, *Journal of Carbon Nanostruct*, Vol. 23, pp. 742-749, 2015.
9. Jhansi Lakshmi. K., Irappa. S., Raghavendra. C., Basavarajappa. S, “High-temperature erosive behavior of plasma-sprayed NiCrAlY/B₄C/Cenosphere coating on MDN 321 turbine steel”, *Transactions of the IMF*, Vol.1, pp. 1-8, 2022.
10. Esmaeeli. Z., Loghman. M., Ramezani. M., “Preparation of Agglomerate Nanopowder, Sintering and Evaluate the Properties of NiCrAlY-Nano Si₃N₄-Gr Nanocomposite”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 847, pp. 155802-155813, 2020.
11. Bolelli. G., Candeli. A., “Tribology of NiCrAlY+Al₂O₃ Composite Coatings by Plasma Spraying with hybrid Feeding of Dry Powder+suspension”, *Journal of Wear*, Vol. 344, pp. 69–85, 2015.
12. Li, B., Gao. Y., Jia. J., Han. M., Guo. H., Wang. W., “Influence of Heat Treatments on the Microstructure as Well as Mechanical and Tribological Properties of NiCrAlY-Mo-Ag Coatings”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol, 686, pp. 503-51, 2016.