

## اثر افزودن اکسیدهای ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , $\text{ZrO}_2$ ) بر خواص فیزیکی سرامیک‌های آلومینایی

حسین خوارزمی پور<sup>۱\*</sup>، خلیل رنجبر<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> گروه مهندسی مواد و متالورژی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، شرکت ملی حفاری ایران، اهواز  
<sup>۲</sup> گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید چمران، اهواز

\*hossienkharazmipoor953@gmail.com

### چکیده:

در این تحقیق به منظور بررسی تاثیر افزودن اکسید کروم، اکسید زیرکونیوم و اکسید نیوبیوم بر رفتار تف جوشی و ریزساختار سرامیک‌های آلومینا از روش آسیاکاری مکانیکی استفاده گردید. بدین منظور از پودر آلومینا به عنوان مواد اولیه و از پودرهای اکسید کروم، اکسید زیرکونیوم و اکسید نیوبیوم به عنوان ماده افزودنی استفاده شد. اکسید کروم در حد ۰/۶ درصدوزنی، اکسید زیرکونیوم در حد ۱۰ درصدوزنی و اکسید نیوبیوم در حد ۱ درصد وزنی به نمونه آلومینایی افزوده شد. پودرهای کامپوزیت به صورت محوری تحت فشار  $30 \cdot \text{MPa}$  درون قالب فلزی شکل دهی قرار گرفت، سپس نمونه‌ها در دمای  $1300 \cdot \text{C}$  تا  $1500 \cdot \text{C}$  به مدت دو ساعت درون کوره تحت تف جوشی قرار گرفتند. در شناسایی فازها از پراش اشعه ایکس و برای بررسی ریزساختارها از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. نتایج بررسی‌ها نشان داد که با افزودن این اکسیدها به نمونه چگالی تف جوشی و سختی افزایش یافته و به حداکثر مقدار خود در دمای  $1500 \cdot \text{C}$  می‌رسد. بیشترین چگالی و سختی مربوط به نمونه آلومینا-اکسید نیوبیوم و به ترتیب برابر با  $3/78 \text{ g/cm}^3$  و  $1292 \text{ HV}$  است. از طرفی دیگر اندازه دانه‌های زمینه آلومینا پس از تف جوشی در اثر حضور اکسیدهای مختلف افزایش می‌یابد و بیشترین افزایش اندازه دانه را اکسید نیوبیوم و برابر با  $2/68 \mu\text{m}$  ایجاد می‌کند.

### اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳۹۵/۶/۶

پذیرش: ۱۳۹۵/۹/۲۳

### کلید واژه:

اکسید کروم، اکسید نیوبیوم، اکسید زیرکونیوم، تف جوشی، ریزساختار

### ۱- مقدمه

سرامیکی است. در کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، هدف اولیه فراهم کردن چقرمگی در یک زمینه سرامیکی است [۱]. خواص سرامیک‌های آلومینایی باعث شده که آن‌ها نماینده خوبی برای کاربردهای دستگاه برش خصوصاً در دمای بالا و شرایط سرعت زیاد به حساب آیند [۳ و ۲]. آلومینا یکی از معروفترین سرامیک‌ها و در عین حال دارای

بزرگترین کمبود سرامیک‌ها نسبت به فلزات در چقرمگی شکست بسیار پایین آن‌هاست. بهبود چقرمگی مواد سرامیکی یک نیاز بحرانی است که یکی از راه‌های رسیدن به این هدف جایگزینی مواد سرامیکی با کامپوزیت زمینه



افزایش و تخلخل را کاهش می‌دهد. یانک و همکارانش [۱۰] در سال ۲۰۰۸ نشان دادند با افزایش درصد وزنی اکسیدنیوبیوم چگالی و اندازه دانه آلومینا افزایش می‌یابد. در سال‌های اخیر حجم قابل توجهی از کارهای تحقیقاتی در زمینه خواص مکانیکی سرامیک‌ها به کامپوزیت پایه سرامیکی معطوف شده است. خواص همچون چقرمگی، سختی بیش از هر خواص دیگر مورد توجه واقع گشته است. خواص ریزساختاری این مواد به صورت گسترده به فرآیند تولید این مواد بستگی دارد و معمولاً برای تولید این کامپوزیت‌ها از فرآیند تف جوشی استفاده می‌شود. افزودن عناصری مثل اکسید کروم بر روی سختی نیز تاثیر دارند. در این تحقیق تاثیر اکسید کروم، اکسیدنیوبیوم و زیرکونیا بر خواص فیزیکی آلومینا مورد بررسی قرار گرفت. از آسیاکاری مکانیکی جهت خردایش و همگن سازی اندازه ذرات و اختلاط اجزاء پودری استفاده گردید.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

مواد اولیه، پودر آلومینا (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، India, Lbakm)، پودر زیرکونیا (اندازه ذرات ۲ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، India, Akvfyt) با ۱۰ درصد وزنی و اکسید کروم (کرومیا) (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، India, Akvfyt) با ۰/۶ درصد وزنی و اکسیدنیوبیوم (نیوبیا) (اندازه ذرات ۳ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، German, Merck) با ۱ درصد وزنی اضافه می‌شود. همچنین از اتیلن گلیکول با فرمول شیمیایی ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ ) برای متراکم سازی پودرها در هنگام تولید نمونه‌های خام اولیه استفاده شده است. از اسید استارثیک و استون برای

بهترین خواص هم چون سختی در دمای بالا، مقاومت سایشی بالا هست اما چقرمگی شکست آن پایین و متوسط است. مشکل چقرمگی کم را می‌توان با طراحی و آماده سازی مواد کامپوزیت تقویت شده با ذرات با فاز یکسان از زمینه یا یک فاز متفاوت اما مناسب بهبود داد [۴-۲]. در سال‌های اخیر، کامپوزیت‌های متعدد و پرکاربردی در صنعت بر پایه بهبود ویژگی‌های سرامیک‌ها معرفی شده است. به منظور دستیابی به مقاومت شکست‌های بالاتر، ترکیبات آلومینا-زیرکونیا-جانشین ترکیبات آلومینایی شده‌اند [۶-۲]. آلومینا-زیرکونیا کامپوزیت‌هایی دوتایی هستند که در آن زیرکونیا به زمینه آلومینا به عنوان یک فاز دوم اضافه شده است. زیرکونیا دارای سه اشکال کریستالوگرافی است که عبارتند از: فازهای مونوکلینیک، تتراگونال، مکعبی [۷]. کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا به دلیل خواص مکانیکی عالی خود سختی، استحکام، چقرمگی بالا و مقاومت در برابر سایش به‌طور گسترده برای کاربردهای مختلف از قبیل قطعات سایشی، ابزار برش، ایمپلنت‌های بیوپزشکی، قطعات ساختاری، قطعات مورد کاربرد در فضاپیماها، قطارهای سریع‌السیر و اتومبیل‌ها استفاده می‌شود [۶-۲]. در سال ۲۰۰۰ ریو و همکارانش [۸] در مطالعات خود اثر افزودن اکسید کروم را به نمونه آلومینا بررسی و نشان دادند که سختی و چگالی نمونه افزایش می‌یابد. در سال ۲۰۱۴ حسن و همکارانش [۹] رابطه مثبت بین میزان اکسیدنیوبیوم و چگالی تف جوشی آلومینای تقویت شده نشان داد که افزایش درصد وزنی اکسیدنیوبیوم سختی و چقرمگی و چگالی تف جوشی را افزایش و باعث کاهش تخلخل می‌شود. همچنین افزایش در دمای تف جوشی چگالی را



روانکاری در طی آماده سازی نمونه قرصی شکل در عملیات پرس کاری استفاده می شود. ترکیب شیمیایی نمونه های اولیه تهیه شده در جدول ۱ نشان داده شده است.

درجه بر دقیقه در کوره الکتریکی مدل Amagams عملیات حرارتی گردیدند. پس از فرآیند گرمایش، کوره خاموش و نمونه ها درون کوره تا دمای اتاق در اتمسفر هوا سرد شدند. اندازه گیری چگالی نمونه ها قبل از تف جوشی به روش ابعادی محاسبه گردید و محاسبه چگالی و تخلخل نمونه ها تف جوشی شده به روش ارشمیدس، مطابق با استاندارد (ASTM C373) انجام شد چگالی نسبی از تقسیم چگالی تف جوشی (چگالی نمونه های تف جوشی شده به روش ارشمیدس) بر چگالی تئوری به دست می آید محاسبه می شود. برای محاسبه چگالی تئوری نمونه های کامپوزیتی باید از رابطه ۱ استفاده کرد [۱۱]. که در آن  $\rho_{th}$  چگالی تئوری، X کسر وزنی آلومینا، Y کسر وزنی زیرکونیا، K کسر وزنی اکسید کروم و N کسر وزنی اکسید نیوبوم است.

$$\rho_{th} = \frac{100}{\left(\frac{X}{3.96}\right) + \left(\frac{Y}{5.68}\right) + \left(\frac{K}{5.22}\right) + \left(\frac{N}{4.60}\right)} \quad (1)$$

برای آماده سازی، نمونه ها پس از فرایند پولیش در محلول ۰/۵ درصد اسید فلئوئوریدریک (HF) به مدت ۱۵ ثانیه اچ شدند. به منظور بررسی ریزساختار نمونه های تف جوشی شده و مورفولوژی فازهای به دست آمده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA\TESCAN-LMU و به منظور تعیین دقیق تر ترکیب شیمیایی از آنالیز عنصری (EDS) استفاده شد. به منظور تعیین سختی از روش سختی سنجی ویکرز با استفاده از دستگاه سختی سنج مدل Wilson Wolpert UH930 استفاده گردید. آزمون سختی توسط اعمال نیروی ۳۰ نیوتن انجام شد و برای هر نمونه در سه نقطه سختی سنجی صورت گرفت که در نهایت،

جدول ۱- ترکیب شیمیایی نمونه های کامپوزیتی

نمونه	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (wt %)	ZrO <sub>2</sub> (wt %)	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (wt %)	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (wt %)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۱۰۰	-	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۹۹/۴	-	۰/۶	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub> (ZTA)	۹۰	۱۰	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	۹۹	-	-	۱

آسیاب مورد استفاده در این تحقیق از نوع آسیاب سیاره ای پرانرژی دارای دو ظرف فولادی، ساخت ایران، اصفهان، مدل Sepahan 84D بود. جهت بهبود در امر آسیاب کاری و یکنواخت شدن همگن سازی از گلوله های فولادی با اندازه های مختلف ۸، ۱۶، ۲۲ میلیمتر و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ استفاده گردید. سرعت چرخش بهینه در این آسیاب برای این تحقیق ۴۰۰ rpm تنظیم شد و زمان آسیاب بر روی ۱۲ ساعت تنظیم و انتخاب گردید. بعد از مخلوط کردن پودرها با نسبت های مختلف و آسیاب کاری آنها، پودرها جهت شکل دهی مهیا شدند. جهت چسبندگی بهتر پودرها در هنگام اعمال فشار معادل ۳۰۰ MPa از اتیلن گلیکول استفاده شد. برای تهیه نمونه های کامپوزیتی قرصی شکل از یک استوانه ای توخالی با قطر ۱۰ میلی متر استفاده شد. نمونه به دست آمده استوانه ای شکل همانند قرص دارای ارتفاع تقریباً ۳ میلی متر و قطر ۱۰ میلی متر می باشد نمونه های بدست آمده در سه دمای ۱۳۰۰°C،



رفتار فشرده سازی زمینه آلومینا را بهبود می‌بخشد که به دلیل شباهت شعاع یونی، یون‌های  $\text{Al}^{+3}$  و  $\text{Nb}^{+5}$  است که نفوذ یون‌ها را در امتداد مرزخانه تسهیل می‌کند و در نتیجه منافذ جاهای خالی کاهش می‌یابد و با افزایش این عناصر مخصوصاً اکسیدنیوبیوم که با نفوذ درون این منافذ تخلخل را کاهش و چگالی را افزایش می‌دهد [۹]. چگالی تفجوشی برای نمونه‌های آلومینا\_اکسیدکروم، آلومینا\_زیرکونیا و آلومینا\_اکسیدنیوبیوم در دمای  $1500^\circ\text{C}$  به ترتیب برابر با  $3/36 \text{ g/cm}^3$ ،  $3/17 \text{ g/cm}^3$  و  $3/78 \text{ g/cm}^3$  است. در جدول شماره ۲ خلاصه‌ای از درصد چگالی نسبی و درصد تخلخل کامپوزیت‌های تفجوشی شده در دماهای مورد نظر قابل مشاهده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود نمونه آلومینا\_اکسیدنیوبیوم بالاترین چگالی نسبی نسبت به بقیه نمونه‌ها دارد. یکی از دلایل کاهش چگالی نسبی نمونه آلومینا\_زیرکونیا نسبت به نمونه‌های دیگر علاوه بر تخلخل‌ها وجود زیرکونیا است که مانع از فشردگی کامپوزیت می‌شود. همان‌طور که حلالیت‌پذیری جامد زیرکونیا در آلومینا کوچک است، مقدار بیش از ۵ درصد حجمی ذرات زیرکونیا استفاده برای ساخت کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا به عنوان یک فاز جداگانه در ساختار آلومینا وجود دارد که مانع فشردگی ساختار می‌شود [۱۴]. اما در حالت کلی افزودن این عناصر به آلومینا چگالی تفجوشی را افزایش می‌دهد.

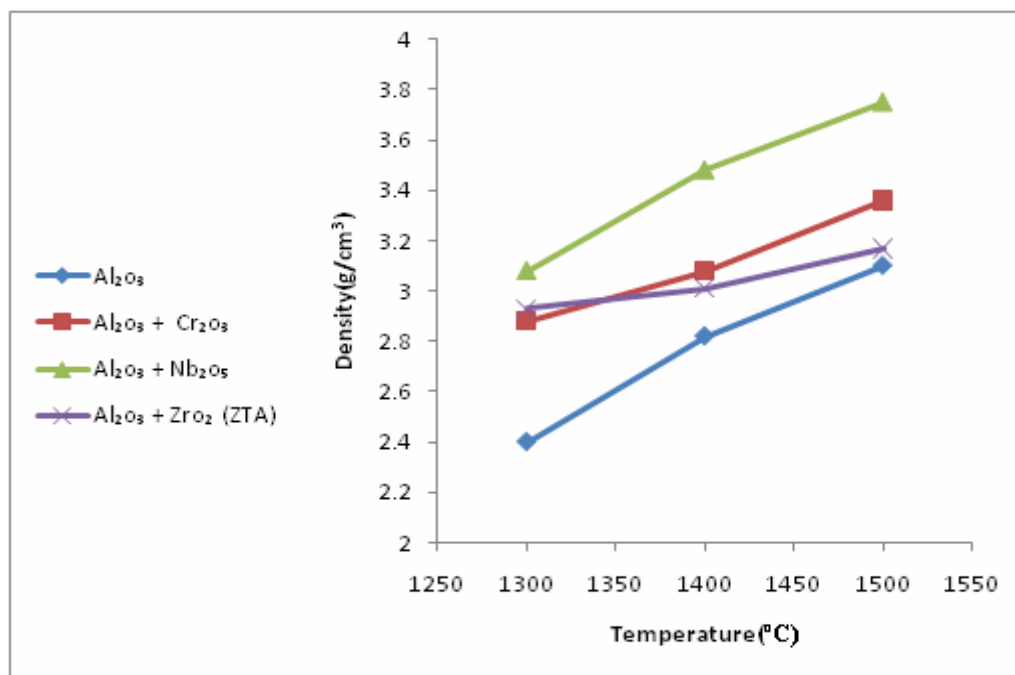
میانگین عدد به دست آمده به عنوان سختی نمونه‌ها در نظر گرفته شد. برای محاسبه میانگین اندازه دانه در دمای  $1500^\circ\text{C}$  از نرم افزار Image Analyzer استفاده گردید. با استفاده از پراش اشعه ایکس برای ارزیابی مقدار فاز مونوکلینیک و تتراگونال به ترتیب از رابطه ۲ و ۳ استفاده می‌شود. در اینجا  $X_m$  کسر وزنی مونوکلینیک،  $X_t$  کسر وزنی تتراگونال،  $I_t$  و  $I_m$  به ترتیب اشاره به شدت پیک‌های فازهای مونوکلینیک و تتراگونال دارد [۱۳ و ۱۲].

$$X_m = \frac{I(111)_m + I(11\bar{1})_m}{I(111)_m + I(11\bar{1})_m + I(101)_t} \quad (2)$$

$$X_t = \frac{I(101)_t}{I(101)_t + I(111)_m + I(11\bar{1})_m} \quad (3)$$

### ۳- بحث و نتایج

همان‌طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود چگالی تفجوشی تمام نمونه‌ها با افزایش دما افزایش می‌یابد و دما تاثیر به‌سزایی بر تفجوشی نمونه می‌گذارد. افزودن اکسیدکروم، اکسیدنیوبیوم و زیرکونیا به آلومینای خالص چگالی تفجوشی را افزایش می‌دهد. یکی از دلایل افزایش چگالی تفجوشی در نمونه آلومینا\_اکسیدکروم با افزایش دما کاهش تخلخل‌ها و همچنین تشکیل محلول جامد آلومینا\_اکسیدکروم است. همچنین افزودن اکسیدنیوبیوم



شکل ۱- چگالی نمونه‌ها بر حسب دماهای تف جوشی مختلف

جدول ۲- درصد چگالی نسبی و تخلخل در دماهای مختلف تف جوشی

نمونه	۱۳۰۰ °C		۱۴۰۰ °C		۱۵۰۰ °C	
	تخلخل	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۴۰	۶۰	۳۵	۶۵	۳۰	۷۰
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۲۷	۷۳	۲۲	۷۸	۱۵	۸۵
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub> (ZTA)	۲۹	۷۱	۲۷	۷۳	۲۳	۷۷
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	۲۲	۷۸	۱۲	۸۸	۵	۹۵

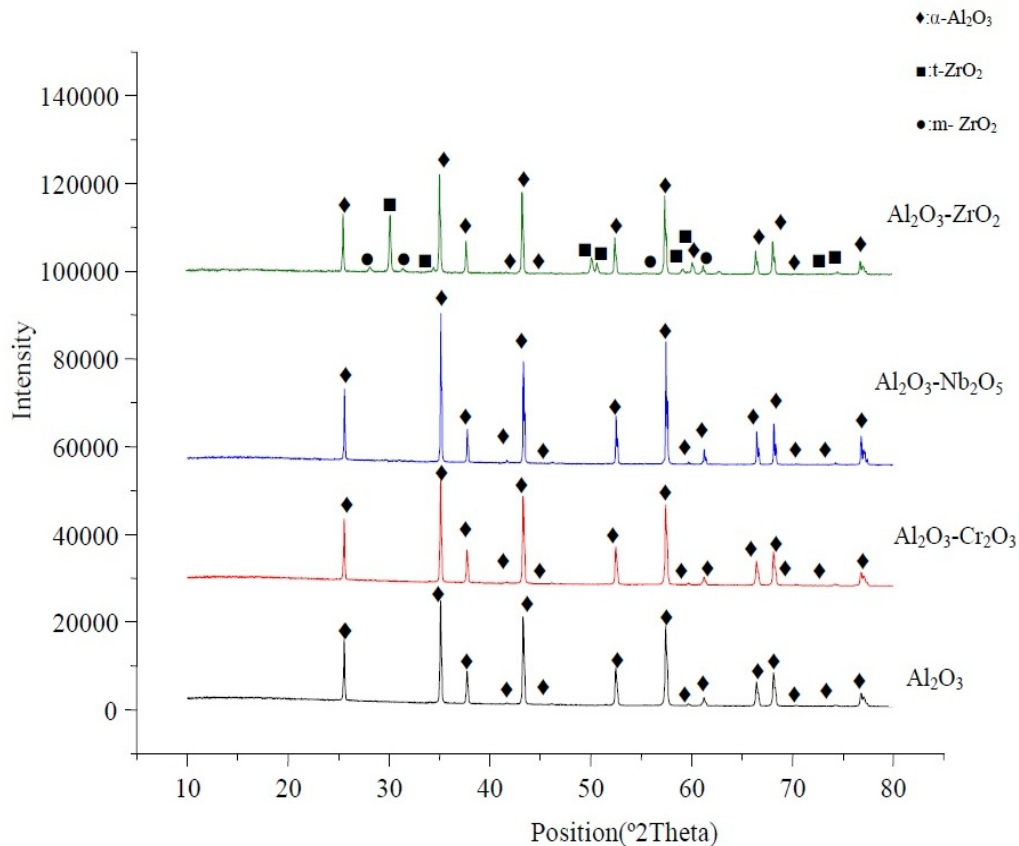
مطابق با نتایج هیراتا و همکارانش [۱۵] است. در الگو پراش اشعه ایکس کامپوزیت آلومینا\_ اکسید کروم فقط پیک‌های مربوط به پودر آلومینا مشخص شده و اکسید نیوبوم هیچ گونه پیک مشخصی را نشان نمی‌دهد و شدت این پیک‌ها افزایش می‌یابد که نتایج این مطالعه با نتایج یانگ و همکارانش [۱۶ و ۱۰] و اولیویرا و همکارانش [۱۷] و هم چنین حسن و همکارانش [۹] نیز مورد تایید قرار گرفته است. به نظر می‌رسد اتم‌های نیوبوم بطور کامل درون آلومینا حل

الگو پراش اشعه ایکس نمونه‌های تف جوشی شده در شکل ۲ نشان داده شده است. در نمونه آلومینا\_ اکسید کروم تنها پیک‌های از آلومینا مشاهده شده و هیچ گونه پیکی که نشان دهنده ترکیب جدیدی در حین تف جوشی ایجاد شده باشد و یا پیک‌های از اکسید کروم نشان داده نشده است که دلایل آن می‌توانند یکی به دلیل حل شدن اکسید کروم درون آلومینا بخاطر ساختمان کوراندوم همسان و دیگری درصد کم و تبخیر اکسید کروم در نمونه می‌باشد که نتایج



صورت تتراگونال و مونوکلینیک قابل مشاهده است. درصد فاز تتراگونال و مونوکلینیک در نمونه آلومینا\_زیرکونیا برابر با ۸۸/۸۵ و ۱۱/۱۵ درصد است.

شده است. با توجه به الگو شدت پیک‌ها افزایش و پهنای آن‌ها کاهش یافته که این امر ناشی از افزایش ذرات پودر است. در نمونه‌های آلومینا\_زیرکونیا فاز زیرکونیا به دو



شکل ۲- الگوهای پراش نمونه‌های تف جوشی شده در دمای ۱۵۰۰°C

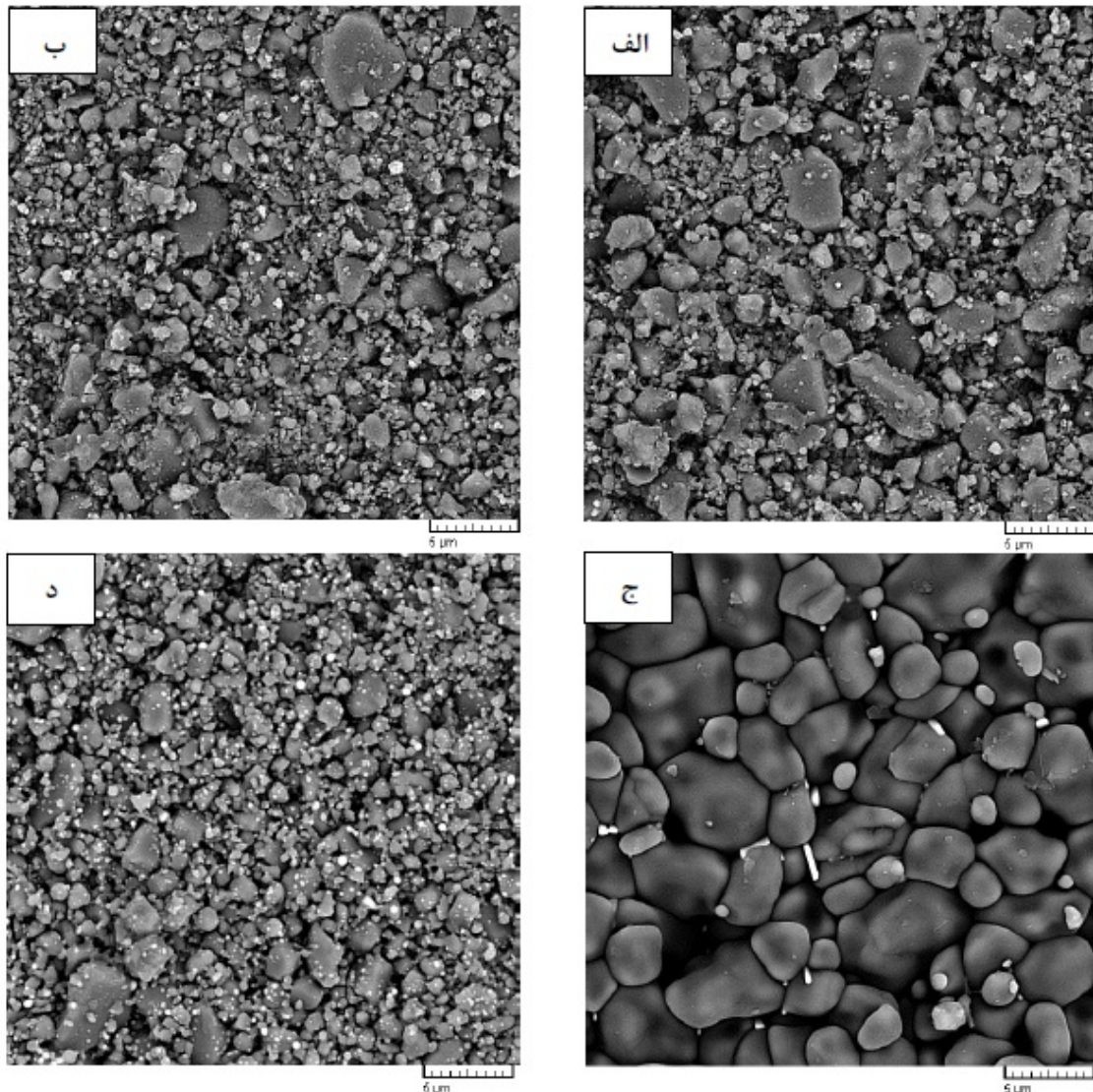
اکسید کروم به وسیله رنگ سفید و فاز زمینه با رنگ تیره مشخص شده است. همانطور که از شکل (۳ب) مشخص است نمونه آلومینا\_اکسید کروم دارای تخلخل است و در مقایسه با نمونه آلومینا خالص تف جوشی مناسب‌تری صورت گرفته است. زمانی که اکسید کروم به یک سیستم آلومینای اضافه می‌شود محلول جامد هم والانس در کل ترکیب تشکیل خواهد شد به این دلیل که هم اکسید کروم و هم اکسید آلومینیوم دارای ساختار کریستالی کوران دوم همسان هستند. هنگام واکنش در دماهای بالاتر از ۱۰۰۰°C

شکل ۳ ریزساختار سطوح پولیش شده از نمونه‌های آلومینا، آلومینا\_اکسید کروم و آلومینا\_اکسید نیوبیم و همچنین آلومینا\_زیرکونیا را نشان می‌دهد. در شکل ۳ نقاط تیره دانه‌های آلومینا را نشان می‌دهد و نقاط روشن در شکل‌ها به ترتیب فاز دوم هر ترکیب را نشان داده است و ریزساختار نمونه‌ها توزیع و پراکندگی مناسب ذرات فاز ثانویه در ساختار نشان داده است. در شکل (۳الف) رشد دانه بعضی از دانه آلومینا ناشی از بهم آمیختگی دانه‌ها است که به مهاجرت مرز دانه مربوط است. بطوری که در شکل (۳ب) فاز ثانویه



محلول جامد جانشین به دست می‌آید. محلول جامد هم والانس زمانی اتفاق می‌افتد که یک اتم یا یون جانشین یک اتم یا یون با بار الکتریکی یکسان در ساختار منشاء شود [۲]. هنگامی که اکسید کروم (۰/۶ درصد وزنی) افزوده شود اندازه دانه‌های فاز آلومینا بزرگتر شده و برابر با  $1/13 \mu\text{m}$  می‌باشد. به طوری که در شکل (۳ج) فاز افزودنی اکسید نیوبوم به وسیله رنگ سفید و فاز زمینه با رنگ تیره مشخص شده است. همانطور که در شکل (۳ج) مشخص است نمونه آلومینا\_اکسید نیوبوم دارای تخلخل کمتر است و در آن نسبت به بقیه نمونه‌ها تف جوشی مناسب‌تری صورت گرفته است. در شکل (۳ج) افزودن اکسید نیوبوم به آلومینا رفتار فشرده سازی زمینه فاز آلومینا را بهبود می‌بخشد، این به دلیل شباهت شعاع یونی، یون‌های  $\text{Al}^{+3}$  ( $0.54\text{\AA}$ ) و  $\text{Nb}^{+5}$  ( $0.69\text{\AA}$ ) است که نفوذ یون‌ها در امتداد مرز دانه را تسهیل می‌کند و فشرده سازی جسم را افزایش می‌دهد [۹]. با توجه به چگالی نمونه آلومینا\_اکسید نیوبوم دارای تف جوشی بهتری نسبت به دیگر نمونه‌ها است. در ترکیب آلومینا\_اکسید نیوبوم دانه‌ها به هم چسبیدگی پیدا کردند که این مطلب را می‌تواند از روی شکل (۳ج) به خوبی دید اما

هنوز مقداری تخلخل که نقاط تیره رنگ هستند مشخص است. ذرات سفید رنگ که با توزیع مناسب در کل نمونه پخش شدند اکسید نیوبوم هستند که در موقعیت بین دانه‌ای یا در اتصالات سه گانه دانه‌های آلومینا قرار می‌گیرند و با تقویت و تمیز کردن مرز دانه باعث چسبندگی بهتر و در نتیجه افزایش استحکام می‌شود [۷]. شکل به خوبی نشان داده که دانه آلومینا بزرگتر و حدود  $3/68 \mu\text{m}$  می‌باشد که نشان می‌دهد. اکسید نیوبوم اندازه دانه‌ها را افزایش می‌دهد این نتیجه مطابق با نتایج مختلفی که توسط یانگ و همکارانش [۱۰ و ۱۶] انجام شد است. رشد بعضی از دانه آلومینا ناشی از بهم آمیختگی دانه‌ها است که به مهاجرت مرز دانه مربوط است. ذرات زیر کونیا دانه‌های نسبتاً گرد کوچک و سفید رنگ می‌باشند که اکثراً در موقعیت بین دانه‌ای قرار دارند. همانطور که حلالیت پذیری جامد  $\text{ZrO}_2$  در  $\text{Al}_2\text{O}_3$  کوچک است، مقدار بیش از ۵ درصد حجمی ذرات  $\text{ZrO}_2$  استفاده برای ساخت کامپوزیت آلومینا-زیر کونیا به عنوان یک فاز جداگانه در داخل  $\text{Al}_2\text{O}_3$  وجود دارد این را به خوبی می‌توان در شکل (۳د) دید.



شکل ۳- ریزساختار نمونه‌ها (الف)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (ب)  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Cr}_2\text{O}_3$  (ج)  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Nb}_2\text{O}_5$  (د)  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$

اکسیدنیوبیوم نشان می‌دهد. فازهای تیره رنگ که با A نشان داده شده مطابق آنالیز عنصری (EDS) مربوط به منطقه A که شامل عناصر Al و O می‌باشد که فاز زمینه آلومینا را نشان می‌دهد. منطقه C نشان داده شده مطابق با آنالیز عنصری آن منطقه شامل پیک‌های از عناصر مختلف است که این فاز مایل به رنگ شیری، که در گوشه و در بین دو دانه آلومینا قرار گرفته محلول جامد  $\text{AlNbO}_4$  است این

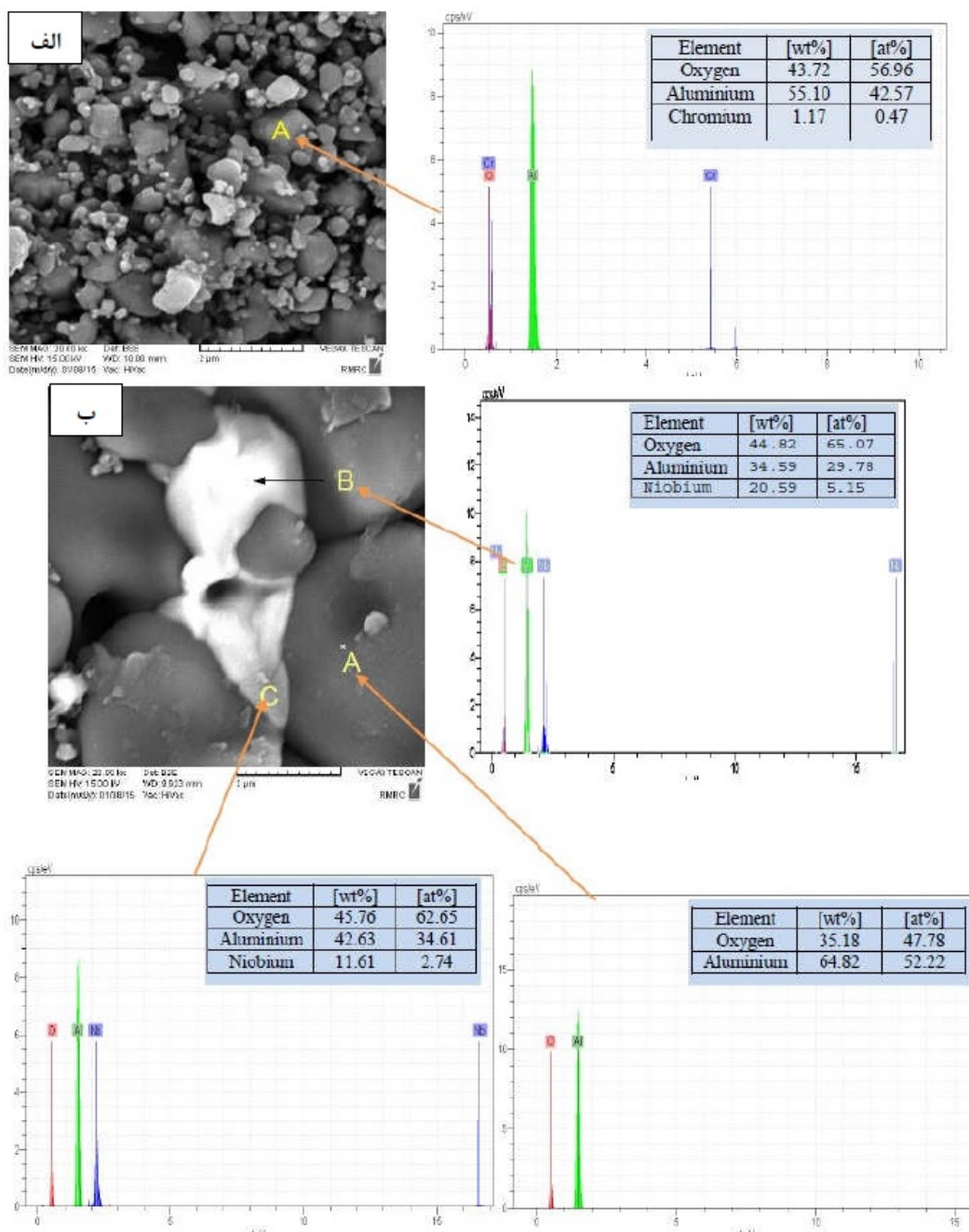
شکل (الف) ریزساختار نمونه کامپوزیتی آلومینا-اکسیدکروم نشان می‌دهد. فازهای تیره رنگ که با A نشان داده شده مطابق آنالیز عنصری (EDS) مربوط به منطقه A که شامل عناصر Al و O می‌باشد که فاز زمینه آلومینا را نشان می‌دهد. همچنین با توجه به آنالیز عنصری نمونه در منطقه A وجود اکسیدکروم در نمونه به اثبات می‌رسد. شکل (ب) ریزساختار نمونه کامپوزیتی آلومینا-





شامل عناصر مختلفی است اکسیدنیویوم را نشان می‌دهد و این فاز در مرزدهانه‌ها مستقر است که باعث افزایش استحکام و تقویت مرزدهانه می‌شود و مطابق با نتایج حسن و همکارانش [۹] است.

فاز همچنین توسط حسن و همکارانش [۹] و اولیورا و همکارانش [۱۷] و همچنین یانگ و همکارانش [۱۶ و ۱۰] مشاهده گردید از طرفی فازی که با رنگ سفید و پیکان B مشخص شده است با توجه به آنالیز عنصری آن منطقه که

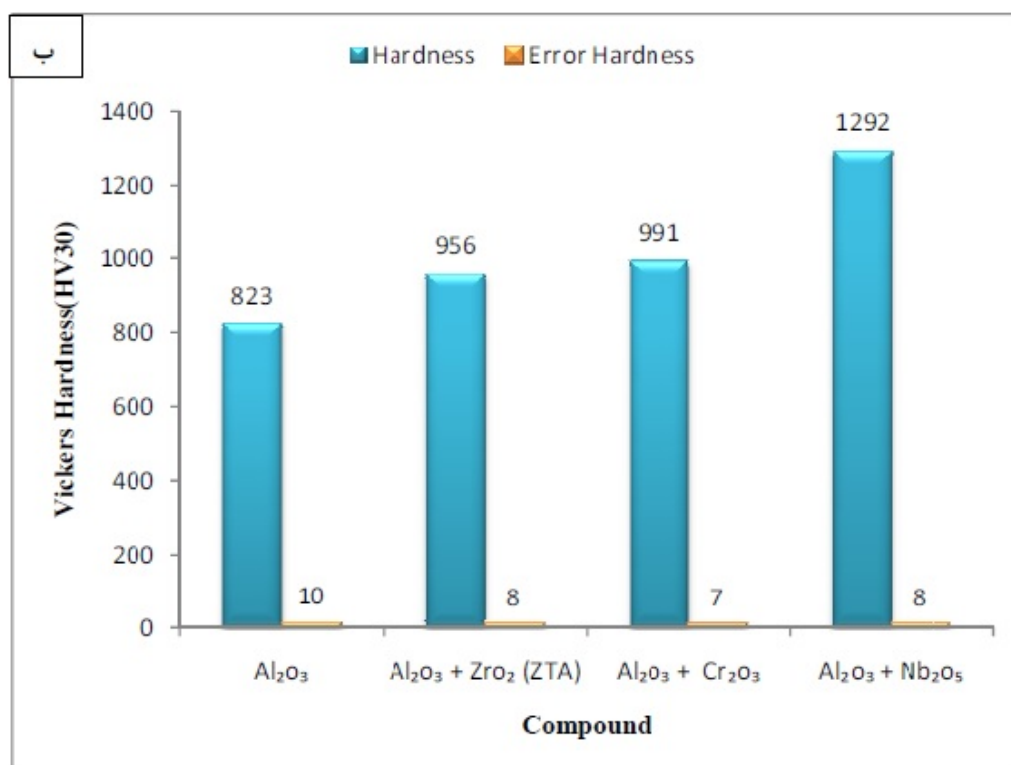
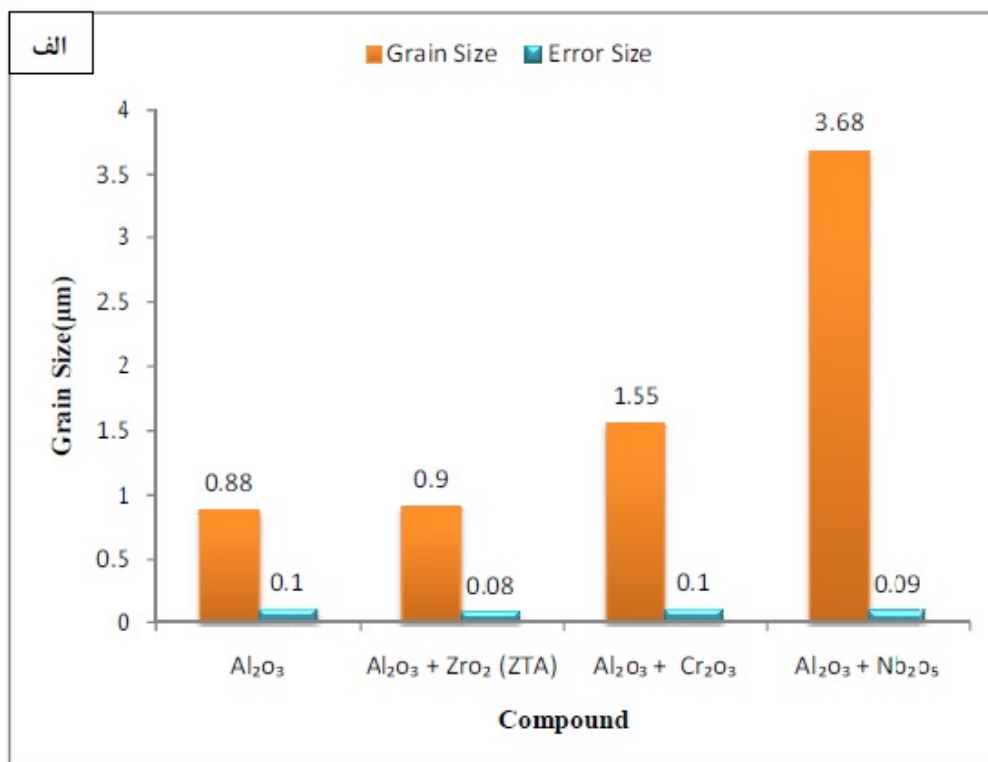


شکل ۴- آنالیزهای عنصری (EDS)، (الف) نمونه  $Al_2O_3+Cr_2O_3$  (ب) نمونه  $Al_2O_3+Nb_2O_5$  در مناطق مختلف



نشان داده شده است. بیشترین سختی مربوط به نمونه تفجوشی شده آلومینا-اکسیدنیوبیوم برابر با ۱۲۹۲ HV است که به دلیل تفجوشی عالی تر نمونه و در نتیجه چگالی بالاتر و تخلخل کمتر به دست آمد. بهبود سختی در نمونه تفجوشی شده آلومینا-اکسیدنیوبیوم به علت تشکیل فاز  $\text{AlNbO}_4$  است که باعث افزایش انسجام بین دانه‌ها و تقویت فصل مشترک فاز و مرزدانه زمینه می‌شود که این نتایج با نتایج بدست آمده توسط حسن و همکارانش [۹] و اولیورا و همکارانش [۱۷] مطابقت دارد. سختی نمونه آلومینا خالص تفجوشی شده برابر با ۸۲۳ HV محاسبه گردید. زمانی که به نمونه آلومینا خالص زیرکونیا افزوده می‌شود سختی نمونه تفجوشی شده آلومینا-زیرکونیا برابر با ۹۵۶ HV محاسبه گردید. افزودن اکسیدکروم به نمونه آلومینای خالص همانطور که در شکل (ب) نشان می‌دهد سختی نمونه افزایش پیدا کرده که تاثیر اکسیدکروم را نشان می‌دهد. افزودن اکسیدکروم به نمونه به دلیل تراکم بالاتر و تفجوشی بهتر، سختی نمونه افزایش می‌یابد. و همچنین افزایش سختی ممکن است به وسیله شکل‌گیری محلول جامد هم والانس بین  $\text{Al}^{3+}$  و  $\text{Cr}^{3+}$  ایجاد شده باشد چون هر دوی آن‌ها ساختار کوراندوم مشابهی داشتند. و سختی مربوط به نمونه آلومینا-اکسیدکروم تفجوشی شده برابر با ۹۹۱ HV است. همچنین بهبود در سختی نمونه‌ها به تراکم و چگالی بالاتر نمونه‌ها و تخلخل کمتر وابسته است. کامپوزیت تفجوشی شده آلومینا-اکسیدنیوبیوم سختی بالاتری نسبت به دیگر نمونه‌ها دارد که دلیل اصلی آن تخلخل کمتر و تراکم و تفجوشی بهتر است.

میانگین اندازه دانه‌های آلومینا در نمونه‌های مختلف در دمای  $1500^\circ\text{C}$  از روی ریزساختار نمونه‌ها که در شکل ۳ نشان داده شده محاسبه گردید. شکل (الف) اثرات افزودن اکسیدنیوبیوم، اکسیدکروم و زیرکونیا را روی اندازه دانه‌های آلومینا نشان می‌دهد. همانطور که در شکل (الف) نشان داده شده اندازه دانه‌های آلومینای نمونه آلومینا-اکسیدنیوبیوم برابر با  $3/68 \mu\text{m}$  است. زمانی که اکسیدنیوبیوم به نمونه آلومینا افزوده شود میانگین اندازه دانه‌های آلومینا از  $0/9 \mu\text{m}$  به  $3/68 \mu\text{m}$  میکرون افزایش می‌یابد که این نتیجه منطبق با نتایج یانگ و همکارانش [۱۶ و ۱۰] و همچنین حسن و همکارانش [۹] است که نشان دادند افزودن اکسیدنیوبیوم میانگین اندازه دانه‌های آلومینا زمینه را افزایش می‌دهد زمانی که به عنوان محلول جامد در آلومینا حل شود [۱۸]. میانگین اندازه دانه‌های آلومینا در کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا برابر با  $0/9 \mu\text{m}$  است. اثرات افزودن اکسیدکروم روی اندازه دانه‌های آلومینا همانطور که در شکل (الف) نشان می‌دهد اکسیدکروم اندازه دانه‌های آلومینا را افزایش می‌دهد به طوری که زمانی که اکسیدکروم به آلومینا افزوده شود اندازه دانه آلومینا از  $0/88 \mu\text{m}$  به  $1/55 \mu\text{m}$  افزایش می‌یابد که از دلایل آن حل شدن اکسیدکروم درون آلومینا و نفوذ یون‌های Cr درون ساختار است. ضریب نفوذ یون Cr دارای یک نظم منظم تر و بزرگتر درون جسم است و این نتیجه منطبق با نتایج ریو و همکارانش [۹] است که نشان دادند با افزودن اکسیدکروم اندازه دانه‌های زمینه آلومینا افزایش می‌یابد. سختی تمام نمونه‌ها در دمای  $1500^\circ\text{C}$  در شکل (ب) (الف)



شکل ۵- (الف) اندازه دانه‌های آلومینا (ب) سختی ترکیبات زینتر شده در  $1500^{\circ}C$



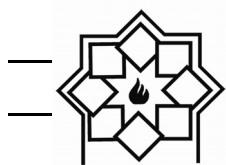
- 91–96, (2012).
- [3] D. Casellas, “Fracture Toughness of Alumina and ZTA Ceramics: Microstructural Coarsening Effects”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 143–144, PP. 148–152, (2003).
- [4] N. A. Rejab, and A. Azhar, “The Relationship between Microstructure and Fracture Toughness of Zirconia Toughened Alumina (ZTA) Added With MgO and CeO<sub>2</sub>”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 41, PP. 522–530, (2013).
- [5] N.A. Rejab, and A. Azhar, “The Effects of CeO<sub>2</sub> Addition on the Physical, Microstructural and Mechanical Properties of Yttria Stabilized Zirconia Toughened Alumina (ZTA)”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 36, PP. 162–166, (2013).
- [6] C., Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling”, *Progress in Materials Science*, No. 46, 2001, PP. 1-184
- [7] A. M. Hassan, M. Awaad, S. M. Naga, “Toughening and Strengthening of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Doped Zirconia/Alumina (ZTA) Composites”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 48, PP. 338-345, (2015).
- [8] D. H. Riu, and Y.M. Kong, “Effect of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on microstructural evolution and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 20, PP. 1475–1481, (2000).
- [9] A. M. Hassan, M. Awaad, S. M. Naga, “Densification Behavior and Mechanical Properties of Niobium-Oxide-Doped Alumina Ceramics”, *Journal of Ceramics Science and Technology*, Vol. 05, No. 01, PP. 51-56, (2014).
- [10] Y. F. Hsu, S. F. Wang, Y. R. Wang, S. C. Chen, “Effect of Niobium Doping on the Densification and Grain Growth in Alumina”, *Ceramics International*, Vol. 34, PP. 1183–1187, (2008).

#### ۴- نتیجه‌گیری

- بررسی‌ها نشان داد که آسیاکاری مکانیکی، توزیع یکنواخت ذرات را در زمینه سبب شده است.
- با افزودن اکسیدهای مختلف چگالی نمونه آلومینایی خالص افزایش و تخلخل کاهش می‌یابد و نمونه آلومینا\_اکسیدنیوبیوم دارای چگالی نسبی و سختی بالاتری نسبت به دیگر نمونه‌ها دارد و به ترتیب چگالی نسبی برابر با ۹۵ درصد و سختی برابر با ۱۲۹۲ HV است.
- بهبود سختی در نمونه‌های آلومینا\_اکسیدنیوبیوم به علت چگالی بالا و تف جوشی بهتر نمونه است.
- عکس‌های SEM و EDS وجود فاز جدیدی از ترکیب فازهای آلومینیوم و نیوبیوم را نشان می‌دهد که این فاز احتمالاً  $\text{AlNbO}_4$  باشد.
- اندازه دانه‌های زمینه آلومینا با افزودن اکسیدنیوبیوم، اکسید کروم و زیرکونیا به نمونه افزایش می‌یابد و بیشترین افزایش اندازه دانه را اکسیدنیوبیوم و برابر با  $3/68 \mu\text{m}$  ایجاد می‌کند.

#### مراجع

- [۱] ن، سلطانی، «آشنایی با کامپوزیت‌های زمینه فلزی، پلیمری، سرامیکی و فرآیندهای ساخت»، چاپ اول، تهران: انتشارات جهان جام جم، ۱۳۸۷
- [2] A. Azhar, and L. Chun Choong, “Effects of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Addition on the Mechanical Properties, Microstructure and Wear Performance of Zirconia Toughened-Alumina (ZTA) Cutting Inserts”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 513, PP.



- [11] P. d. E. Louis Winnubst, T. H. P. Leuwerink, A. J. Burggraaf, "Effect of Calcination on the Sintering of Gel-Derived, Zirconia-Toughened Alumina", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 77, PP. 2376-2380, (1994).
- [12] R. Gopi Chandran, and K. C. PATIL, "Combustion Synthesis and Properties of Mullite-Zirconia Composites", *Journal of Materials Science*, Vol. 31, PP. 5773-5779, (1996).
- [13] R. C. Garvie, And P. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia Systems", *Journal of The American Ceramic Society*, Vol. 55, PP. 303-305, (1972).
- [14] K. Maiti, A. Sil, "Microstructural Relationship with Fracture Toughness of Undoped and Rare Earths (Y, La) Doped  $Al_2O_3-ZrO_2$  Ceramic Composites", *Ceramic International*, Vol. 37, PP. 2411-2421, (2011).
- [15] T. Hirata, K. Akiyama, "Sintering behavior of  $Cr_2O_3-Al_2O_3$  ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 20, PP. 195-199, (2000).
- [16] Y. F. Hsu, "Influence of  $Nb_2O_5$  Additive on The Densification and Microstructural Evolution of Fine Alumina Powders", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 399, PP. 232-237, (2005).
- [17] L. N. L. Oliveira, R. V. B. Campos, D. X. Gouveia, M.A.S. Silva, A.S.B. Sombra, "Microwave Dielectric Properties Study of  $(Al_2O_3)-(Nb_2O_5)$  Composite For Dielectric Resonator Antenna Applications", *Microwave and Optical Technology Letters*, Vol. 58, No. 6, PP. 1473-1479, (2016).
- [18] B. F. Pedersen, "The Crystal Structure of Aluminum Niobium Oxide ( $AlNbO_4$ )", *Acta Chemica Scandinavica*, Vol. 16, PP. 421 - 430, (1962).