

# تأثیر روش احیاء بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت آلومینا- کبالت

جعفر باصری، رحیم نقیزاده\*، حمیدرضا رضایی، فرهاد گلستانی فرد

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

<sup>\*</sup>rnaghizadeh@iust.ac.ir

چکيده:	اطلاعات مقاله:
هدف این پژوهش مقایسه روشهای احیای کامپوزیت آلومینا–کبالـت از اسـپینل آلومینـات کبالـت از نظـر	دریافت: ۱۳۹۵/۶/۲۳
خواص مورد نظر بود. برای دستیابی به هدف فوق، احیاء اسپینل با سه روش بستر کربنی، احیاء واکنـشی بـا	پذیرش: ۱۳۹۵/۹/۱۴
پودر آلومینیوم (آلومینوترمیک) و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر مورد بررسی قرار گرفت. مقایسه	
نتایج نشان داد که احیاء اسپینل از روش بستر کربنی فرآیندی زمان بر بود که در نهایت با رشد دانه افراطـی	·******
فاز فلزی رو به رو میشود. نمونههای پودری حاوی آلومینا و اسپینل احیاء شده به کبالت و آلومینـا بـا روش	ليد واره.
آلومینوترمیک به همراه نمونه پودری حاوی آلومینا، اسپینل و فلز آلومینیوم بـــا روش پلاســمای جرقــهای بــا	اسـپينل الومينـات كبالـت، زينتـر
فشار ۳۰ MPa در دمای C° ۱۴۰۰ به مدت ده دقیقه زینتر شدند و سپس تحـت بررسـیهـای ریزسـاختار،	پلاسمای حرارتی، احیـای کربنـی،
فازی و خواص مکانیکی قرار گرفتند. چگالی نمونه احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم بعد از زینتر به حدود ۸۷٪	احیای الومینوترمیک، کامپوزیت
چگالی تئوری خود رسید در حالی که چگالی نمونه احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به حـدود ۹۵٪	
چگالی تئوری خود رسید. استحکام خمشی نمونهی احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی بـا پـودر	
آلومینیوم حین زینتر به ترتیب حدود ۲۲۷ MPa و ۳۵۴ MPa شد. سختی نمونهی احیاء واکنـشی بـا پـودر	
آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به ترتیب حـدود ۹/۸ GPa و ۱۱/۴ GPa، چقرمگـی	
شکست نمونهی احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر بـه ترتیـب بـه	
حدود ۷/۲ MPa.m <sup>1/2</sup> و ۹/۱ MPa.m <sup>1/2</sup> رسید. بر این اساس مقایسه دو روش، احیاء واکنـشی بـا پـودر	
آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر نشان داد. احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حـین زینتـر	
میتواند گزینه مناسبتری برای احیاء باشد زیرا بدون هیچگونه عملیات حرارتی اضافه قبل از زینتر، منجر به	
ریزساختاری ریزتری میشود. همچنین اتصالات سرامیک-فلز بهبود مییابد کـه منجـر بـه بهبـود خـواص	
مکانیکی میگردد.	

#### ۱– مقدمه

وجه تمایز اصلی سرامیکها با سایر مواد، خواص حرارتی، نوری، الکتریکی و ترمومکانیکی آنها است. از جملـه ایـن

خواص سختی، استحکام خمشی گرم، دیرگدازی بالا است. آلومینا یکی از معروف ترین مواد سرامیکی است که علاوه بر کاربرد برای تهیه فلز آلومینیوم، در تولید دیرگدازها، چینی سخت، پوششهای مقاوم به سایش، ابزار برش، عایقهای

الکتریکی، سرامیکهای زیستی، پایههای مدارها و غیره به کار مانند ابزار برش کامپوزیتهای زمینه آلومینایی خواص بهتری از خود نشان میدهند.[۱]

طی جنگ جهانی دوم نیاز به مواد مقاوم به تنش و دمای بالا محسوس شد. اولین بار دانشمندان آلمانی از سرمتها به جای آلیاژها در پره توربینها و بدنه موتورهای جت استفاده کردند. امروزه سرمتها به طور معمول در قسمت محفظه احتراق موتورهای جت به دلیل چقرمگی بالا و استحکام دمای بالا استفاده میشوند. همچنین در توربینها نیز سرمتها به دلیل آن که نسبت به فولادها سبکتر هستند و اجازه رسیدن به شتابهای بیشتری را به توربین میدهند، استفاده میشوند. [۳,۲]

یکی از اصلی ترین کاربردهای آلومینا همان طور که ذکر شد به عنوان سایندهها و ابزار برش است. [۵٫۴] برای بهبود استحکام و چقرمگی این ابزار اولین بار نیروی هوایی آمریکا با کمک محققین در دانشگاه اوهایو از سرمتها استفاده کردند. مهم ترین هدف آنها ساخت سرمتهای زمینه آلومینایی بود که چقرمگی خوبی در حوالی دمای ۲۰۰۰۵ داشته باشد [۶].

همان طور که گفته شد سرامیک ها، عموماً سختی بالا و مقاومت خزشی و استحکام گرم بالایی دارند ولی چقرمگی پایین نقطه ضعف این مواد است. برای حل این موضوع از کامپوزیت سازی و افزودن فازهای فلزی به این مواد استفاده می شود. تاکنون محققان از ترکیب های متنوعی از سرامیک – فلز برای ساخت سرمت ها استفاده کرده اند؛ اما کامپوزیت های زمینه آلومینایی به علت ضریب انبساط

حرارتی بالای آلومینا و نزدیکتر بودن ضریب انبساط حرارتی آن به فلزات بیش از همه مورد اقبال قرار گرفته است. همچنین فلز کبالت نیز که علاوه بر تأمین چقرمگی به دلیل دمای ذوب بالا و همچنین خواص مغناطیسی دارد، مورد استقبال محققین قرار گرفته است. روشهای مختلفی برای تهیه کامپوزیتهای سرامیک فلز وجود دارد مثل مخلوط کردن مستقیم اجزای سرامیکی و فلزی و سپس شکل دهی و زینتر آنها، احیاء ترکیبهای فلزی قبل از زینتر یا هنگام زینتر و غیره. یکی از نکات کلیدی در روش احیاء، نحوه احیاء و مرحله مناسب آن است که در این

تحقیق بر روی این موضوع تمرکز شده است. [۱۰–۷] توان و همکاران [۸] برای تهیه جز فلزی کامپوزیت از احیاء، اسپینل، به مدت ده ساعت در اتم سفر هیدروژن در دمای ۱۶۰۰°C استفاده کردند. لیبرتال و همکاران [۹] برای تهیه سرمت از احیای اکسید فلز مربوط و در اتم سفر مونوا کسید کربن به مدت هفت ساعت در دمای ۲۵۰۰°C استفاده کردند. صادق و همکاران [۱۰] نیـز قبـل از پخـت در بـستر كربن كامپوزيت آلومينا-كبالت به مدت شانزده ساعت پودر اسپینلی خود را در دمای C°۱۴۰۰ در بستری از کربن احیاء کردند. در این پژوهش هدف تهیه کامپوزیت ۹۰٪ حجمی آلومینا و ۱۰٪ حجمی کبالت با استفاده از احیای اسپینل آلومینات کبالت CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> بود. برای رسیدن به هدف فـوق سه روش احیای، احیاء در بستر کربنی، احیای آلومینوترمیک در حالت پودری و احیای آلومینوترمیک حین زینتر انتخاب شد تا بتوان به با بهینه کردن شرایط به ریزساختار مناسب و خواص بهینه در کامپوزیت رسید.



# ۲-۱- احیاء به روش بستر کربنی

پودر کد AC1 در بوتهای به حجم ۲۰ میلیلیتر ریخته شد. در بوته روی آن گذاشته شد و توسط کائولن کاملاً محفوظ شد. در بوتهای دیگری به حجم ۱۰۰ میلیلیتر مقداری کربن اکتیو ریخته شد تا کف بوته پوشانده شود. بوتهی اولیه درون این بوته گذاشته شد و درون بوته تا ۹۵ درصد از کربن اکتیو پر شد. مقداری آلومینای کلسینه شده روی کربن ها ریخته شد تا سطحی به عمق یک میلیمتر را پر کند. در این بوته توسط جرم ریختنی شامل ۷۰ درصد وزنی آلومینای تبولار با سایزبندی مختلف و ۳۰ درصد با سیمان آلومینا بالا محفوظ شد. قبل از سفت شدن مجموعه فوق توسط یک سوزن پنج سوراخ بر در بوته ایجاد می شود که از ترکیدن بوته جلوگیری کند. برای خشک شدن این جرم ریختنی این بوته به مدت ۱۲ ساعت در خشککن در دمای ۲۰۰۲ قرار داده شد. طرحواره این بستر را در شکل (۲) مشاهده می کنید. این بوته در دمای C°۱۴۰۰ به مدت ۶ ،۱۲ و ۱۴ ساعت عملیات حرارتی شد.



شکل ۲- طرحوارہ بستر کربنی

۲-۲ – احیاء به روش واکنش با آلومینیوم پودر کد AC2 در کورهی اتم سفر کنترل با جریان گاز آرگون با سرعت گرمایش ۱۰ K/min در دمای C۰۰°C و

### ۲- فعالیتهای تجربی

برای تهیه کامپوزیت ۹۰٪ حجمی آلومینا و ۱۰٪ حجمی كبالت از اسپينل استوكيومترى آلومينات كبالت تهيه شده به روش سیترات سل−ژل، کلسینه شده در دمای ۲۰۰° که الگوی پراش اشعه ایکس آن در شکل ۱ آمده است استفاده شد. برای احیاء، سه روش استفاده شد. در روش اول مخلوط پودری آلومینای راکتیو با خلوص ۹۹٪ و دانیه بنیدی دو میکرومتر شرکت Alteo فرانسه با اسپینل سنتزی به نسبت ۴ به ۶ مخلوط شد.(پودر کد AC1) و سپس عملیات احیاء، در بستر کربنی بر آن انجام شد. در روش دوم آلومینای راکتیو با اسپینل سنتزی و پودر آلومینیوم به ترتیب با نسبت ۳۶:۶۰:۴ با هـم مخلـوط شـدند (پـودر کـد AC2). پـودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۹ ٪ با دانه بندی ۲–۱ میکرومتر استفاده شد. سیس احیاء آلومینوترمیک انجام گرفت. در روش سوم مخلوط AC2 بدون احياء، اوليه تحت زينتر یلاسمای جرقهای قرار گرفت. برای مقایسه خواص مخلوط روش دوم نیز تحت زینتر پلاسمای جرقهای قرار گرفت.



شکل ۱ – الگوی پراش اشعه ایکس از اسپینل آلومینات کبالت سنتزی به *ر*وش سیترات سل–ژل کلسینه شده در دمای ℃۷۰۰

تأثير روش احياء بر ريزساختار و خواص مكانيكي كامپوزيت ألومينا- كبالت





شکل ۳- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ریزساختار پودر آلومینیوم

۲–۳– احیاء به روش واکنش با آلومینیـوم حین زینتر

در پژوهش حاضر از زینتر پلاسمای جرقهای استفاده شده است. نمونهی AC2 و ACR برای مقایسه دو روش احیاء توسط دستگاه زینتر پلاسمای جرقهای در دمای °۲۰۰۵ تحت فشار ۳۰ مگا پاسکال و مدت زمان ده دقیقه و سرعت گرمایش ۸۰ K/min د زینتر شدند. قطر خارجی قالب گرافیتی برابر ۶ و قطر داخلی برابر ۳ سانتیمتر است. قبل از

۶۰ دورهی ۵ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۵

ریختن مواد پودری، اطراف دیوارههای داخلی قالب با ورقه گرافیتی با ضخامت کمتر از ۱ میلیمتر به منظور عدم چسبیدن نمونه به قالب پوشانده شد. نمونهها به صورت دیسک با قطر تقریبی ۲/۹ سانتیمتر و ارتفاع تقریبی ۵ میلیمتر زینتر شدند.

#### ۲-۴- مشخصهیابی نمونهها

برای بررسی چگالی نمونههای زینتر شده از روش ارشمیدس بر اساس استاندارد شماره C20 انجمن آزمون مواد آمریکا<sup>۱</sup> استفاده شد، به نحوی که ابتدا نمونهها به منظور از بین بردن لایههای گرافیتی چسبیده به سطح پولیش شده و سپس به صورت خشک توزین شدند، سپس به مدت ۲ ساعت در آب مقطر جوشانده شده و ۲۴ ساعت در آب قرار گرفتند. در نهایت وزن غوطهوری و اشباع نمونهها با استفاده از ترازویی با دقت ۰/۰۰۱ اندازه گیری شده و چگالی بالک با استفاده از فرمول ۱ محاسبه شد.

$$\mathbf{D}_{\mathrm{b}} = \frac{\mathbf{W}_{\mathrm{d}}}{\mathbf{W}_{\mathrm{s}} - \mathbf{W}_{\mathrm{i}}} \times \mathbf{D}_{\mathrm{l}} \tag{1}$$

که در این رابطه:  
$$D_b$$
: چگالی بالک  
 $W_d$ : چگالی بالک  
 $W_i$ : وزن خشک  
 $W_i$  وزن اشباع  
 $W_i$  وزن غوطهوری  
 $W_i$   
(T) چگالی مایع مورد استفاده است.  
چگالی نسبی نمونهها با فرمول محاسبه شد.  
Re lative Density =  $\frac{D_b}{\rho_{th}} \times 100$ 

<sup>1</sup> American Society for Testing and Materials (ASTM)



چگالی تئوری کامپوزیت ها بر اساس رابطه قانون اختلاط (  
فرمول ۳) محاسبه شده است. لازم به ذکر است که از  
ناخالصی ها و عیوب مواد اولیه چشم پوشی شده است.  
مناخالصی ها و عیوب مواد اولیه چشم پوشی شده است.  
$$ho Al_2O_3 = 3/95 \text{gr} / \text{cm}^3$$
  
 $ho Co = 8/90 \text{gr} / \text{cm}^3$   
 $ho_{\text{th}} = 
ho_{\alpha} \times \text{vol}_{\alpha} + 
ho_{\beta} \times \text{vol}_{\beta}$  (۳

آنالیز پراش اشعه ایکس توسط دستگاه پراش اشعه ایکس مدل PANalytical شرکت PANalytical با لامپ CuKα با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم آنالیز شد. الگوی پراش در حدود ۸۰۰ – ۱۰۰ = ۲θ با گامهای ۰/۰۵ درجه گرفته شد.

ثابت شبکه اسپینل توسط رابطه براگ و رابط ه مربوط به ساختار بلوری مکعبی با توجه به نتایج به دست آمده از آنالیز پراش اشعه ایکس محاسبه شد.

$$n\lambda = 2d \operatorname{Sin}(\theta)$$
 (\*

$$d = \frac{a}{\sqrt{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)}} \tag{(a)}$$

که در این روابط، n مرتبه پراش (یک در نظر گرفته می شود)، λ طول موج تابیده شده، d فاصله صفحه های بلوری، θ زاویه پراش، (hkl) اندیس های میلر صفحات پراش و a ثابت شبکه است.

به منظور بررسی ریزساختار نمونهها از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مدل MIRA3 شرکت TESCAN استفاده شد. برای آماده سازی نمونهها جهت

بررسی ریزساختار، سطوح آنها پرداخت شده و تا سمباده مش ۲۵۰۰ پولیش شدند. آنالیز طیفسنجی تفکیک انـرژی<sup>۳</sup> نیز با همین دستگاه بر روی نمونهها انجام شد. میکرو سختی و چقرمگی شکست نمونهها بهوسیله مخـروط فرورونده با روش ویکـرز توسط دسـتگاه مـدل V-test II فرورونده با روش ویکـرز توسط دسـتگاه مـدل V-test II شرکت Bareiss اندازه گیری شد. برای انجام آنـالیز سطوح نمونهها کاملاً همتراز شده و تا سمباده مـش ۲۵۰۰ پـولیش شدند. برای اندازه گیری سختی و چقرمگی نیرویی به ترتیب معادل ۲ و ۱۰ کیلوگرم بـا سـرعت um/sec بـه روی سطح نمونههای پولیش شـده بـا زمـان نگـهداری ۲۰ ثانیـه طبق استاندارد 2-650 DIN EN ISO اعمال شد مقادیر سختی (HV) و چقرمگی شکست (K<sub>IC</sub>) بـه ترتیب

$$HV = 1.854.P / d^{2} \qquad (\%)$$
$$K_{IC} = 0.035 \left(\frac{1}{a}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{E\phi}{HV}\right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{HVa^{0.5}}{\phi}\right) \qquad (Y)$$

در روابط فوق، P نیروی اعمالی و b قطر اثر فرورونده در محاسبه سختی است. در روابط چقرمگی شکست، E مدول الاستیسیته کامپوزیت است که از قانون اختلاط محاسبه شده است.

در رابطه چقرمگی شکست a نصف قطر نقطه اثر فرورونده و l طول ترک از رأس نقطه اثر است. (شکل ۴) که توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی اندازه گیری شد. φ ثابتی است که تقریباً برابر ۳ درنظر گرفته می شود [۲۱،۱۱]. برای بررسی استحکام نمونه ها از آزمون استحکام خمشی

<sup>3</sup> Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

سهنقطهای استفاده شد. بدین منظور نمونههایی به ابعاد ۵×۵×۲۰ میلیمتر توسط میکروکاتر با تیغه الماس بریده شدند. تکیهگاهها بر روی سطوح پولیش شده قرار گرفتند. در این آزمایش فاصله فکها از یکدیگر برابر ۱۶ میلیمتر و سرعت اعمال بار ۸۰۰۰/۰۰۰ بوده است. برای محاسبه استحکام شکست از رابطه زیر استفاده شد.

$$\sigma = \frac{3pl}{2h^2b} \qquad (A$$

که در این رابطه P نیروشکست، L فاصله تکیه گاهها، h ارتفاع و b عرض نمونه است.



شکل ۴– تصویری از پارامترهای مورد استفاده در روابط سختی و چقرمگی شکست در روش ویکرز [۱۳]

۳-۱- احیاء به روش بستر کربنی

در این روش ابتدا کربنهای داخل بستر با افزایش دما و به علت کمبود اکسیژن به صورت ناقص شروع به سوختن کرده و گاز منواکسید کربن تولید میکنند.

$$2C + O_2(g) = 2CO(g)$$

گاز منواکسید کربن به داخل بوته درونی نفوذ کرده و با اسپینل واکنش داده باعث احیاء آن به کبالت و آلومینا می شود.

$$CoAl_2O_4 + CO(g) = Co + Al_2O_3 + CO_2(g)$$

شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC1 است که در بستر کربنی به مدت ۶ ۱۲و ۱۴ ساعت در دمای ۲۰۰۰C عملیات حرارتی شده است.

همان طور که مشاهده می شود بعد از ۶ ساعت هیچ گونه تغییری در پودر اولیه ایجاد نشده و همچنان فازهای اسپینل و آلومینا مشاهده می شود.



شکل ۵− الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC1 عملیات حرارتی شده در بستر کربنی در دمای ۲۰۰°۲ ابه مدت ۶، ۱۲ و ۱۴ ساعت

🖋 دورهی ۵ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۵



مشاهده می شود که بعد از ۱۲ ساعت عملیات حرارتی در بستر کربنی ساختار اسپینل آلومینات کبالت از هـم پاشـیده است و فازهای CoO و Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> که خود اسپینل اکـسید دو ظرفیتی و سه ظرفیتی کبالت است تشکیل شـده است. تفاوت پراشهای دو فاز Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> و CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> یـک پیک تفاوت پراشهای دو فاز Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> و CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> یـک پیک بسیار کوچک در حدود دو تتا برابر ۴۹ است کـه با مقایـسه گفت بعد از ۱۰ ساعت عملیات حرارتی این فاز دیگر وجود ندارد. پیک آلومینا در ۲۵ و ۵۰ درجه بسیار تیز هـستند کـه میتوان آنها را به آلومینای اولیه نسبت داد و ایجاد زمینهی آمـورف یـا کریپتوکریـستالین در الگـوی پـراش ایکـس را

مشاهده می شود بعد از ۱۴ ساعت تمام فازهای CoO و CO<sub>3</sub>O<sub>4</sub> احیاء شدهاند و اثری از آن ها باقی نمانده است. همچنین زمینه الگو نیز حاکی از عدم وجود فاز آمورف با کریپتوکریستالین است. سه پیک ۴۳ و ۵۷ و ۷۶ درجه نیز مربوط به فاز فلزی کبالت هستند که بسیار واضح در تصویر مشخص هستند.

کسر حجمی فاز کبالت با فرمول ۸ محاسبه که برابر بانه درصد حجمی است که تقریباً مطابق با محاسبات اولیه است.

$$V\gamma = \frac{1}{1 + \left[ \left( \frac{1}{p} \sum \frac{I_{hld(observed)\alpha}}{I_{hld(theoretucal)\alpha}} \right) / \left( \frac{1}{q} \sum \frac{I_{hld(observed)\gamma}}{I_{hld(theoretucal)\gamma}} \right) \right]}$$

در این فرمول p و p تعداد پیکهای مشاهده شده برای بـه ترتیب فازهای α و λ هستند [۱۴]. ریزساختار پـودر آلومینـا-کبالـت احیـاء شـده از روش بـستر

کربنی و در دمای C°۱۴۰۰ و به مدت ۱۴ ساعت در تـصویر میکروسکوپ الکترونی روبـشی (SEM) در شـکل ۶ نـشان داده شده است.



تعليمان علي المسلمان المسلمان المسلمان المرابع ا المرابع ا المرابع ا المرابع الم مرابع المرابع الم

در این شکل فازهای روشن کبالت و فازهای تیره آلومینا هستند. همان طور که مشاهده می شود کبالت ها با رشد افراطی به اندازهای در حدود سه تا چهار میکرون رسیدهاند.

# ۳-۲- احیاء واکنشی

در این روش با استفاده از پودر آلومینیوم و واکنش آن با اسپینل احیاء صورت می گیرد.

3 CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> +2 Al =3 Co + 4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ريزساختار پودر آلومينيوم استفاده شده در اين روش تصوير ميکروسکوپ الکترونيروبشی (SEM) در شکل ۸ مشاهده میشود. همان طور که مشاهده میشود آلومينيوم ريزساختاری

دورهی ۵ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۵

۶۳





شکل ۷– الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC2 عملیات حرارتی شده در اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت در دماهای ℃۹۰۰، ℃۰۰۰۱ و ℃۱۱۰۰

همان طور که مشاهده می شود در ۵٬۰۰۵ پودره ای اولیه یعنی اسپینل آلومینات کبالت، آلومینا و آلومینیوم به صورت واکنش نکرده باقی ماندهاند. با اینکه از نظر ترمودینامیکی این واکنش انجام پذیر است (آنتالپی ۱۰۴ – کیلوکالری و انرژی آزاد گیبس ۸۹ – کیلوکالری)[۱۵]، به نظر می رسد محدودیتهای سینتیکی انجام آن را بسیار کند کرده است. مشاهده می شود در ۲۰۰۰ واکنش شروع شده ولی کامل نشده است و همزمان فازهای آلومینیوم، کبالت و اکسید کبالت مشاهده می شود. به دلیل مصرف شدن مقداری از آلومینیوم و کمتر شدن مقدار آن از ۵٪، پیکهای این فاز در

در تصویر مشخص است که در ۲۰۰۰ تمامی اسپینل به فلز احیاء شده است، تنها فازهای کبالت و آلومینا وجود دارند سه پیک ۴۳ و ۵۷ و ۷۶ درجه نیز مربوط به فاز فلزی کبالت

هستند که بسیار واضح در تصویر مشخص هستند. همچنین اکسید باقیمانده وجود ندارد. کسر حجمی فاز فلزی کبالت با کمک فرمول ۸ محاسبه و برابر یازده درصد بود که تقریباً برابر محاسبات اولیه است.

ریزساختار پودر آلومینا-کبالت احیاء شده از روش احیاء واکنشی و در دمای ۲۵۰۱۰ و به مدت ۲ ساعت در اتمسفر آرگون در تصویر میکروسکوپ الکترونیروبشی (SEM) در شکل ۸ نشان داده شده است. در این شکل فازهای روشن کبالت و فازهای تیره آلومینا هستند. همان طور که مشخص است فاز کبالت با اندازه دانه حدوداً نیم میکرون به طور یکنواخت در اطراف فازهای آلومینا پراکنده شده است. مقایسه این شکل با شکل ۶ همچنین زمان کمتر و دمای پایین تر این روش، برتری روش احیاء واکنشی با آلومینیوم را نسبت به روش بستر کربنی برای این کامپوزیت نشان میدهد.





شکل ۸– ریز ساختار پودر آلومینا–کبالت احیاء شده از روش احیاء واکنشی و دردمای ℃۱۱۰۰ و به مدت ۲ ساعت

۳-۳- احیاء واکنشی حین زینتر

شکل ۹ الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC2، بعد از زینتر پلاسما جرقهای است. در تصویر مشخص است که تمامی اسپینل به فلز احیاء شده است، تنها فازهای کبالت و آلومینا وجود دارند سه پیک ۴۳ و ۵۷ و ۷۶ درجه نیز مربوط به فاز فلزی کبالت هستند که بسیار واضح در تصویر مشخص هستند. همچنین اکسید باقیمانده وجود ندارد. کسر حجمی فاز فلزی کبالت با کمک فرمول ۸ محاسبه و برابر ده درصد بود که تقریباً برابر محاسبات اولیه است.

شکل ۱۰ و شکل ۱۱ به ترتیب تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر ACR و AC2 بعد از زینتر پلاسما جرقهای نمایش میدهند. همچنین جدول ۱ خواص مکانیکی این دو کامپوزیت را نشان میدهد. همانطور که مشاهده میشود در نمونه ACR دانههای فلزی به خاطر

وقت زیادی که در کنار هـم بودنـد و بـه دلیـل تغییـر فـرم پلاستیک همزمان با گرمادهی دانهها به سمت هـم حرکـت کرده و رشد کردهاند و به اندازه دانهای بـیش از ۵ میکـرون رسیدهاند. در حالی که در نمونه AC2 به دلیل اینکه تجزیـه اسپینل همزمان با زینتر رخ میدهد زمان کافی برای تجمع فازهای فلزی نبوده و این موضوع باعث کاهش اندازه دانهها تا زیر دو میکرون میشود. به علت تر شوندگی کم فازهـای فلزی با آلومینا در نمونهی ACR چسبندگی بین فـاز فلـز و آلومینـا کمتـر رخ داده درحـالی کـه در نمونـهی AC ایـن خوب فازهای اسپینلی و اکسیدی بسیار نازک باقیمانـده بـا آلومینا باشد. این افزایش شدید انـدازه دانـه موجـب کـاهش سـختی و اسـتحکام و چقرمگـی در کامپوزیـت ACR شـد آن به چگالیهای نسبی بالا شده است.





 SEM MAG: 5.00 kx
 SEM HV: 15.0 kV
 IIII
 MIRA3 TESCAI

 WD: 11.52 mm
 Det: BSE
 5 μm
 Date(m/diy): 05/31/16
 View field: 43.3 μm
 RAZI FOUNDATION



شکل ۱۱– تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر AC، بعد از زینتر پلاسما جرقهای

شکل ۱۰ – تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر ACR، بعد از زینتر یلاسما جرقهای

جدول ۱ – خواص مکانیکی کامپوزیتها

سختی (GPa)	چقرمگی (MPa.m <sup>1/2</sup> )	استحکام خمشی (MPa)	چگالی نسبی (٪)	
۹/۸ ± $\cdot/٨$	$V/Y \pm \cdot /9$	イインキュ	λ۶/۷	ACR
۱۱/۴± ۰/۶	$9/1 \pm \cdot/\lambda$	۳۵۴±۸	٩۴/۵	AC2

به دلیل رشد ذرات فلزی و عدم چسبندگی مناسب مابین فاز فلزی و آلومینا، چگالی نسبی نمونهی ACR به ۸۲٪ رسید درحالی که نمونه AC2 به ۹۵٪ چگالی تئوری خود رسید؛که این موضوع دلیل اختلاف زیاد خواص مکانیکی این دو نمونه است.

# ۴- نتیجهگیری

نتایج حاصل از ایـن تحقیـق نـشان داد کـه بـرای تهیـه کامپوزیتهای آلومینا-کبالـت، روش احیـاء، آلومینوترمیـک

حین زینتر به روش پلاسمای جرقه ای، روش مناسب تری نسبت به احیای اسپینل آلومینات کبالت در بستر کربنی یا آلومینوترمیک پودری است. در روش احیاء، همراه با زینتر چگالی نسبی نمونه ازینتر شده در دمای ۲۵۰۰۰ تحت فشار ۳۰ مگا پاسکال و مدت زمان ده دقیقه به حدود ۵/۹۴٪ رسید که دارای استحکام خمشی ۳۵۴ MPa سختی ۱۱/۴ GPa و مختی به دلیل اتصال بهتر قرمگی، استحکام خمشی و سختی به دلیل اتصال بهتر آن ها با زمینه آلومینایی به ترتیب حدود ۲۶٪، ۵۶٪ و ۱۶٪



- [7] N. L. Barham, W. D. Kaplan, and D. Rittel, "Static and Dynamic Mechanical Properties of Alumina Reinforced with Sub-Micron Ni Particles," Mater. Sci. Eng. A, vol. 597, pp. 1–9, 2013.
- [8] W. H. Tuan, M. C. Lin, and H. H. Wu,
   "Preparation of Al2O3/Ni Composites by Pressureless Sintering in H2," *Ceram. Int.*, vol. 21, pp. 221–225, 1995.
- [9] I. liberthal, Micheal (Department of Materials Engineering, Technion-Israel Institute of Technology, Haifa 32000 and W. D. Kaplan, "Processing and properties of Al2O3 nanocomposites reinforced with sub-micron Ni and NiAl2O4," *Mater. Sci. Eng.*, vol. A 302, pp. 83–91, 2001.

[۱۰] س. صادق، ر. نقیزاده، وع. میرحبیبی، "پایان نامه کارشناسی ارشد با موضوع: بررسی عوامل موثر بر سنتز و خواص پودر کامپوزیتی زئولیت-کبالت"، ۲۰۱۵.

[11] G. R. Anstis, P. Chantikol, B. R. Lawn, and D. B. A. Marshall, "Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I direct crack measurments," J. Am. Ceram. Soc., vol. 64, no. 9, pp. 533–538, 1981. نسبت به نمونههای احیای آلومینوترمیک و سپس زینتر شده رشد داشتهاند.

# مراجع

- N. Wilberg and A. F. Holleman, Holleman-Wiberg's Inorganic Chemistry. 2006.
- [2] A. Mocellin, E. Mines, P. De Saurupt, and N. Cedex, "Alumina-Chromium of Nanocomposite Cermets by Hot-Pressing Powders," J. Eur. Ceram. Soc., vol. 18, pp. 1743–1752, 1998.
- [3] Tinklepaugh and R. James, Cermets. Reinhold Publishing Corporation, 1960.
- [4] P. Auerkari, Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics. 1996.
- [5] A. Senthil Kumar, A. Raja Durai, and T. Sornakumar, "Wear behaviour of alumina based ceramic cutting tools on machining steels," Tribol. Int., vol. 39, no. 3, pp. 191–197, 2006.
- [6] H. E. pattee, Joining Ceramics and Graphite to Other Materials, A Report. washington D.C.: Office of Technology Utilization National Aeronautics and Space Administration, 1968.

[ Downloaded from ijcse.ir on 2025-08-15



- [12] K. Niihara, R. Morena, and D. P. H. Hasselman, Fracture mechanics of ceramics: surface flaws, statistics, and microcracking. Plenum Press, 1983.
- [13] J. B. Wachtman, W. R. Cannon, and M. J. Matthewson, Mechanical Properties of Ceramics. 2009.
- [14] M. R. Movaghar Garabagh, S. Hossein Nedjad, H. Shirazi, M. Iranpour Mobarekeh , M. Nili Ahmadabadi, "Xray diffraction peak profile analysis aiming at better understanding of thedeformation process and deformed structure of a martensitic steel" Thin Solid Films 516 (2008) 8117–8124
- [15] tuukka kotiranta and A. Roine, "HSC." outokumpu technology, 2016