فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۵، شماره‌ی ۱، بهار ۱۳۹۵

تأثیر روش احیاء بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت آلومینا– کبالت

جعفر باصری، رحیم نقی‌زاده*، حمیدرضا رضایی، فرهاد گلستانی‌فرد

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

* rnaghizadeh@iust.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳۹۵/۶/۲۳

پذیرش: ۱۳۹۵/۹/۱۴

کلید واژه:

اسپینل آلومینات کبالت، زینتر پلاسمای حرارتی، احیای کربنی، احیای آلومینوترمیک، کامپوزیت

چکیده:

هدف این پژوهش مقایسه روش‌های احیای کامپوزیت آلومینا–کبالت از اسپینل آلومینات کبالت از نظر خواص مورد نظر بود. برای دستیابی به هدف فوق، احیاء اسپینل با سه روش بستر کربنی، احیاء واکنشی با 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 زمان‌بر بود که در نهایت با رشد دانه افراطی فاز فلزی رو به رو می‌شود. نمونه‌های پودری حاوی آلومینا و اسپینل احیاء شده به کبالت و آلومینا با روش آلومینوترمیک به همراه نمونه پودری حاوی آلومینا، اسپینل و فلز آلومینیوم با روش پلاسمای جرقه‌ای با فشار ۳۰ MPa در دمای ۱۴۰۰ °C به مدت ده دقیقه زینتر شدند و سپس تحت بررسی‌های ریزساختار، فازی و خواص مکانیکی قرار گرفتند. چگالی نمونه احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم بعد از زینتر به حدود ۸۷٪ چگالی تئوری خود رسید در حالی که چگالی نمونه احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به حدود ۹۵٪ چگالی تئوری خود رسید. استحکام خمشی نمونه‌ی احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به ترتیب حدود ۲۲۷ MPa و ۳۵۴ MPa شد. سختی نمونه‌ی احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به ترتیب حدود ۹/۸ GPa و ۱۱/۴ GPa، چقرمگی شکست نمونه‌ی احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر به ترتیب به حدود ۷/۲ $MPa.m^{1/2}$ و ۹/۱ $MPa.m^{1/2}$ رسید. بر این اساس مقایسه دو روش، احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم و احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر نشان داد. احیاء واکنشی با پودر آلومینیوم حین زینتر 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 که منجر به بهبود خواص مکانیکی می‌گردد.

۱– مقدمه

وجه تمایز اصلی سرامیک‌ها با سایر مواد، خواص حرارتی، نوری، الکتریکی و ترمومکانیکی آن‌ها است. از جمله این خواص سختی، استحکام خمشی گرم، دیرگدازی بالا است. آلومینا یکی از معروف‌ترین مواد سرامیکی است که علاوه بر کاربرد برای تهیه فلز آلومینیوم، در تولید دیرگدازها، چینی سخت، پوشش‌های مقاوم به سایش، ابزار برش، عایق‌های

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

الکتریکی، سرامیک‌های زیستی، پایه‌های مدارها و غیره به کار می‌رود. در برخی از کاربردها 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 آن‌که نسبت به فولادها سبک‌تر هستند و اجازه رسیدن به شتاب‌های بیشتری را به توربین می‌دهند، استفاده می‌شوند.[۳,۲]

یکی از اصلی‌ترین کاربردهای آلومینا همان‌طور 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. مهم‌ترین هدف آن‌ها ساخت سرمت‌های زمینه آلومینایی بود که چقرمگی خوبی در حوالی دمای ۱۰۰۰°C داشته باشد [۶].

همان‌طور که گفته شد سرامیک‌ها، 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 می‌شود. تاکنون محققان از ترکیب‌های متنوعی از سرامیک-فلز برای ساخت سرمت‌ها استفاده کرده‌اند؛ اما کامپوزیت‌های 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]

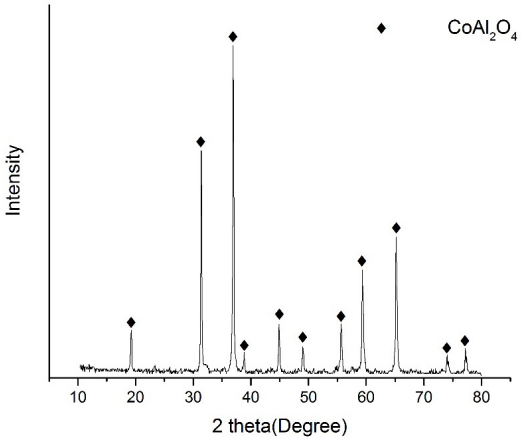
توان و همکاران [۸] برای تهیه جز فلزی کامپوزیت از احیاء، اسپینل، به مدت ده ساعت در اتمسفر هیدروژن در دمای ۱۶۰۰°C استفاده کردند. لیبرتال و همکاران [۹] برای تهیه سرمت از احیای اکسید فلز مربوطه در اتمسفر مونواکسید کربن به مدت هفت ساعت در دمای ۱۵۰۰°C استفاده کردند. صادق و همکاران [۱۰] نیز قبل از پخت در بستر کربن کامپوزیت آلومینا-کبالت به مدت شانزده ساعت پودر اسپینلی خود را در دمای ۱۴۰۰°C 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 $CoAl_2O_4$ بود. برای رسیدن به هدف فوق 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.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

۲- فعالیت‌های تجربی

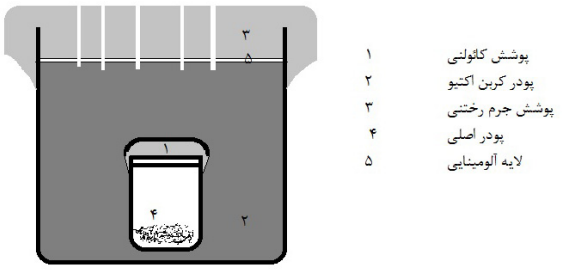
برای تهیه کامپوزیت ۹۰٪ حجمی آلومینا و ۱۰٪ حجمی کبالت از اسپینل استوکیومتری آلومینات کبالت تهیه شده به روش سیترات سل-ژل، کلسینه شده در دمای ۷۰۰°C که الگوی پراش اشعه ایکس آن در شکل ۱ آمده است استفاده شد. برای احیاء، سه روش استفاده شد. در روش اول مخلوط پودری آلومینای راکتیو با خلوص ۹۹٪ و دانه بندی دو میکرومتر 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 هم مخلوط شدند (پودر کد AC2). پودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۹ ٪ با دانه بندی ۲-۱ میکرومتر استفاده شد. سپس احیاء آلومینوترمیک انجام گرفت. در روش سوم مخلوط AC2 بدون احیاء، اولیه تحت زینتر پلاسمای 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 روش سیترات سل-ژل کلسینه شده در دمای ۷۰۰°C

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 کربن‌ها 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 می‌شود که از ترکیدن بوته جلوگیری کند. برای خشک شدن این جرم ریختنی این بوته به مدت ۱۲ ساعت در خشک‌کن در دمای ۱۱۰°C قرار داده شد. طرحواره این بستر را در شکل (۲) مشاهده می‌کنید. این بوته در دمای ۱۴۰۰°C به مدت ۶، ۱۲ و ۱۴ ساعت عملیات حرارتی شد.



شکل ۲- طرحواره بستر کربنی

۲-۲- احیاء به روش واکنش با آلومینیوم

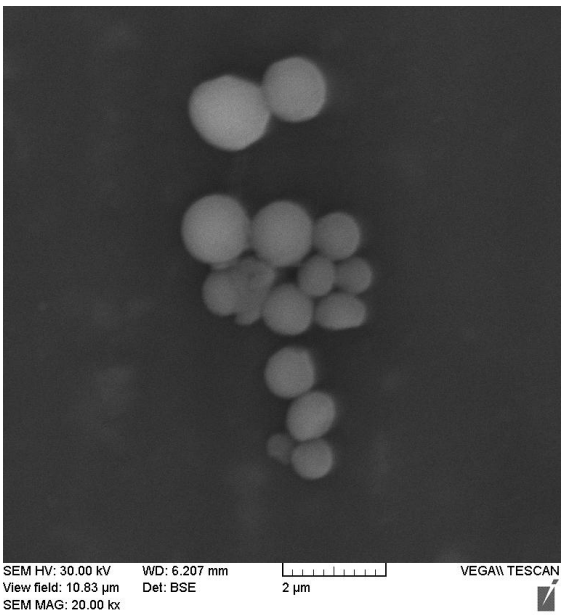
پودر کد AC2 در کوره‌ی اتمسفر کنترل با جریان گاز آرگون با سرعت گرمایش ۱۰ K/min در دمای ۹۰۰°C و

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

۱۰۰۰°C و دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۲ ساعت عملیات حرارتی شدند. شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ریزساختار پودر آلومینیوم بکار رفته در این پژوهش را نشان می‌دهد.

کد ACR به پودر AC2 عملیات حرارتی شده در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۲ ساعت اطلاق شد.



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

۲-۳- احیاء به روش واکنش با آلومینیوم 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 ۱۴۰۰°C تحت فشار ۳۰ مگا پاسکال و مدت زمان ده دقیقه و سرعت گرمایش ۵۰ K/min. زینتر شدند. قطر خارجی قالب گرافیتی برابر ۶ و قطر داخلی برابر ۳ سانتی‌متر است. قبل از 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[1] 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 اندازه‌گیری شده و چگالی بالک با استفاده از فرمول ۱ محاسبه شد.

$$D_b = \frac{W_d}{W_s - W_i} \times D_l \qquad (۱$$

که در این رابطه:

D_b: چگالی بالک

W_d: وزن خشک

W_s: وزن اشباع

W_i: وزن غوطه‌وری

D_l: چگالی مایع مورد استفاده است.

چگالی نسبی نمونه‌ها با فرمول محاسبه شد.

$$\text{Relative Density} = \frac{D_b}{\rho_{th}} \times 100 \qquad (۲$$

[1] American Society for Testing and Materials (ASTM)

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

چگالی تئوری کامپوزیت‌ها بر اساس رابطه قانون اختلاط[2] (فرمول ۳) محاسبه شده است. لازم به ذکر است که از ناخالصی‌ها و عیوب مواد اولیه چشم پوشی شده است.

$$\rho Al_2O_3 = 3/95 gr/cm^3$$

$$\rho Co = 8/90 gr/cm^3$$

$$\rho_{th} = \rho_\alpha \times vol\%_\alpha + \rho_\beta \times vol\%_\beta \qquad (۳$$

آنالیز پراش اشعه ایکس توسط دستگاه پراش اشعه ایکس مدل X'Pert Pro MPD شرکت PANalytical با لامپ CuKα با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم آنالیز شد. الگوی پراش در حدود ۸۰° – ۱۰° = 2θ با گام‌های ۰/۰۵ درجه گرفته شد.

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

$$n\lambda = 2d\ Sin(\theta) \qquad (۴$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}} \qquad (۵$$

که در این روابط، n مرتبه پراش (یک در نظر گرفته می‌شود)، λ طول موج تابیده شده، d فاصله صفحه‌های بلوری، θ زاویه پراش، (hkl) اندیس‌های 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 انرژی[3] نیز با همین دستگاه بر روی نمونه‌ها انجام شد.

میکرو سختی و چقرمگی شکست نمونه‌ها به‌وسیله مخروط فرورونده با روش ویکرز توسط دستگاه مدل V-test II شرکت Bareiss اندازه‌گیری شد. برای انجام آنالیز سطوح نمونه‌ها کاملاً هم‌تراز شده و تا سمباده مش ۲۵۰۰ پولیش شدند. برای اندازه‌گیری سختی و چقرمگی نیرویی به ترتیب معادل ۲ و ۱۰ کیلوگرم با سرعت ۱۰۰ µm/sec به روی سطح نمونه‌های پولیش شده با زمان نگه‌داری ۲۰ ثانیه طبق استاندارد DIN EN ISO 6507-2 اعمال شد

مقادیر سختی (HV) و چقرمگی شکست (K_{IC}) به ترتیب از فرمول ۶ و فرمول ۷ محاسبه شد.

$$HV = 1.854.P/d^2 \qquad (۶$$

$$K_{IC} = 0.035\left(\frac{l}{a}\right)^{\frac{1}{2}}\left(\frac{E\varphi}{HV}\right)^{\frac{2}{5}}\left(\frac{HVa^{0.5}}{\varphi}\right) \qquad (۷$$

در روابط فوق، P نیروی اعمالی و d 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 اندازه‌گیری شد. φ ثابتی است که تقریباً برابر ۳ درنظر گرفته می‌شود [۲۱،۱۱].

برای بررسی استحکام نمونه‌ها از آزمون استحکام خمشی

[2] Mixing Rule

[3] Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

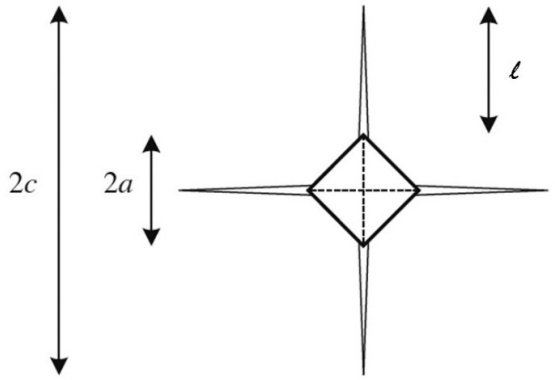
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

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 ۰/۵mm/min بوده است. برای محاسبه استحکام شکست از رابطه زیر استفاده شد.

$$\sigma = \frac{3pl}{2h^2b} \qquad (۸$$

که در این رابطه P نیروشکست، L فاصله تکیه‌گاه‌ها، 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- نتایج و بحث

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.

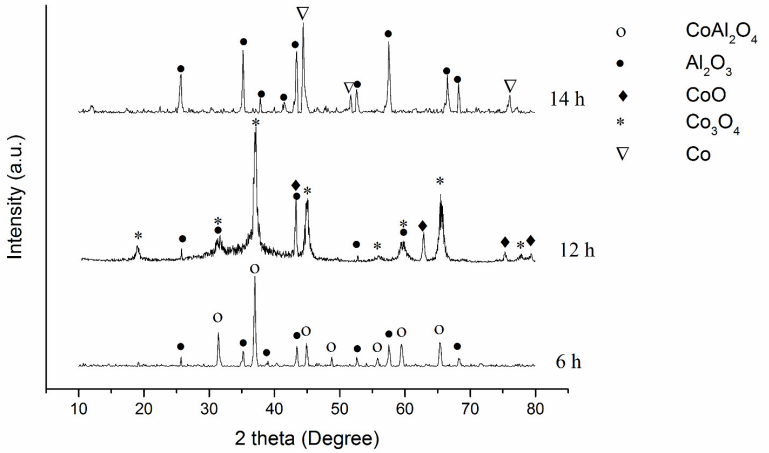
$$2C + O_2(g) = 2CO(g)$$

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

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

شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC1 است که در بستر کربنی به مدت ۶، ۱۲و ۱۴ ساعت در دمای ۱۴۰۰°C عملیات حرارتی شده است.

همان‌طور که مشاهده می‌شود بعد از ۶ ساعت هیچ‌گونه تغییری در پودر اولیه ایجاد نشده و همچنان فازهای اسپینل و آلومینا مشاهده می‌شود.



شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC1 عملیات حرارتی شده در بستر کربنی در دمای ۱۴۰۰°C به مدت ۶، ۱۲ و ۱۴ ساعت

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

مشاهده می‌شود که بعد از ۱۲ ساعت عملیات حرارتی در بستر کربنی ساختار اسپینل آلومینات کبالت از هم پاشیده است و فازهای CoO و Co_3O_4 که خود اسپینل اکسید دو ظرفیتی و سه ظرفیتی کبالت است تشکیل شده است. تفاوت پراش‌های دو فاز Co_3O_4 و $CoAl_2O_4$ یک پیک بسیار کوچک در حدود دو تتا برابر ۴۹ است که با مقایسه این پیک در دو الگو پراش ۶ ساعت و ۱۲ ساعت می‌توان گفت بعد از ۱۰ ساعت عملیات حرارتی این فاز دیگر وجود ندارد. پیک آلومینا در ۲۵ و ۵۰ درجه بسیار تیز هستند که می‌توان آن‌ها را به آلومینای اولیه نسبت داد و ایجاد زمینه‌ی آمورف یا کریپتوکریستالین در الگوی پراش ایکس را می‌توان به فازهای در حال تجزیه نسبت داد.

مشاهده می‌شود بعد از ۱۴ ساعت تمام فازهای CoO و Co_3O_4 احیاء شده‌اند و اثری از آن‌ها باقی‌نمانده 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.

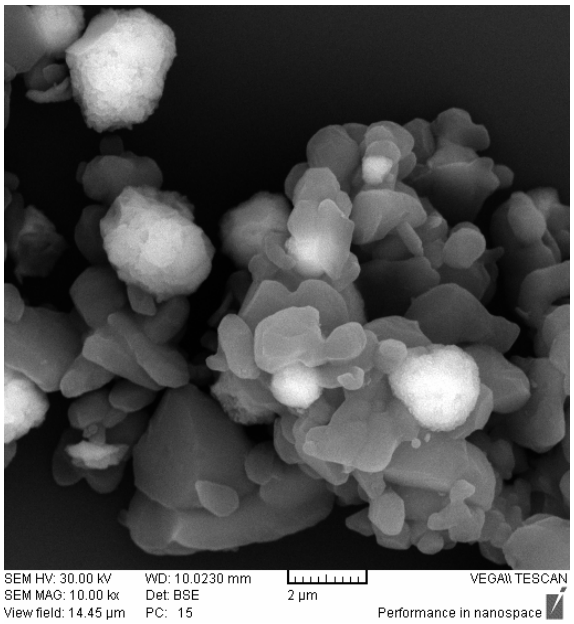
کسر حجمی فاز کبالت با فرمول ۸ محاسبه که برابر بانه درصد حجمی است که تقریباً مطابق با محاسبات اولیه است.

(۸

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

در این فرمول p و q تعداد پیک‌های مشاهده شده برای به ترتیب فازهای α و λ هستند [۱۴].

ریزساختار پودر آلومینا-کبالت احیاء شده از روش بستر کربنی و در دمای ۱۴۰۰°C و به مدت ۱۴ ساعت در تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) در شکل ۶ نشان داده شده است.



شکل ۶- ریزساختار پودر آلومینا-کبالت احیاء شده از روش بستر کربنی و در دمای ۱۴۰۰°C و به مدت ۱۴ ساعت

در این شکل فازهای روشن کبالت و فازهای تیره آلومینا هستند. همان‌طور که مشاهده می‌شود کبالت‌ها 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 می‌گیرد.

$$3\ CoAl_2O_4 + 2\ Al = 3\ Co + 4\ Al_2O_3$$

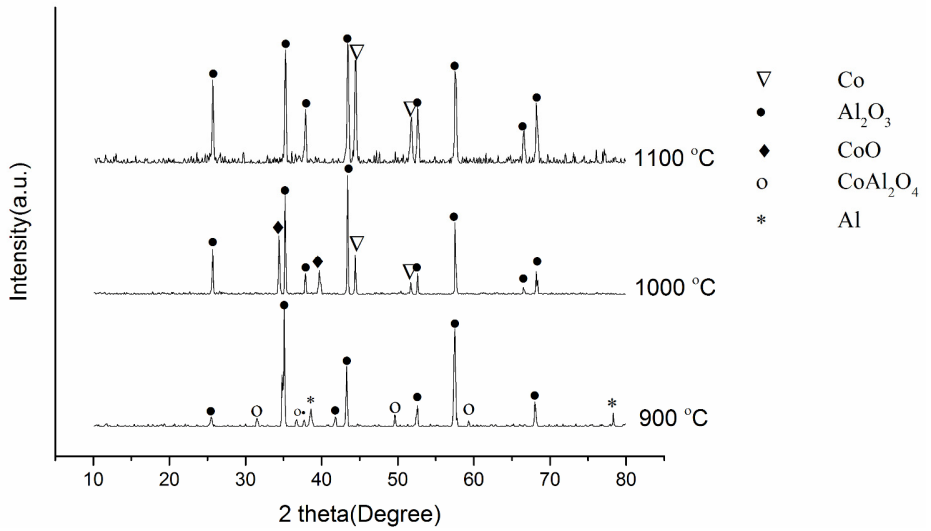
ریزساختار پودر آلومینیوم استفاده شده در این روش تصویر میکروسکوپ الکترونیروبشی (SEM) در شکل ۸ مشاهده می‌شود. همان‌طور که مشاهده می‌شود آلومینیوم ریزساختاری

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

کروی و اندازه دانه‌ای بین یک تا دو میکرون دارد.

شکل ۷ الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC2 است که در اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت در دماهای ۹۰۰°C، ۱۰۰۰°C و ۱۱۰۰°C عملیات حرارتی شده است.



شکل ۷- الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC2 عملیات حرارتی شده در اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت در دماهای ۹۰۰°C، ۱۰۰۰°C و ۱۱۰۰°C

همان‌طور که مشاهده می‌شود در ۹۰۰°C پودرهای 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 می‌رسد محدودیت‌های سینتیکی انجام آن را بسیار کند کرده است.

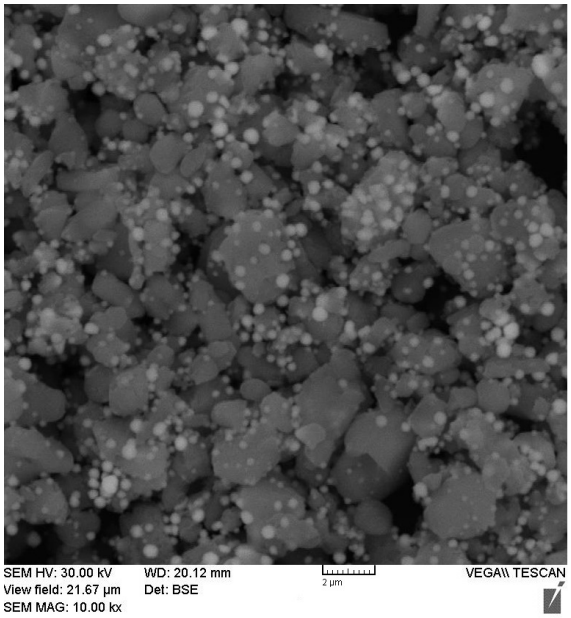
مشاهده می‌شود در ۱۰۰۰°C واکنش شروع شده ولی کامل نشده است و هم‌زمان فازهای آلومینیوم، کبالت و اکسید کبالت مشاهده می‌شود. به دلیل مصرف شدن مقداری از آلومینیوم و کمتر شدن مقدار آن از ۵٪، پیک‌های این فاز در تصویر مشاهده نمی‌شود.

در تصویر مشخص است که در ۱۱۰۰°C 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 ۱۱۰۰°C 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. همان‌طور 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 پایین‌تر این روش، برتری روش احیاء واکنشی با آلومینیوم را نسبت به روش بستر کربنی برای این کامپوزیت نشان می‌دهد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

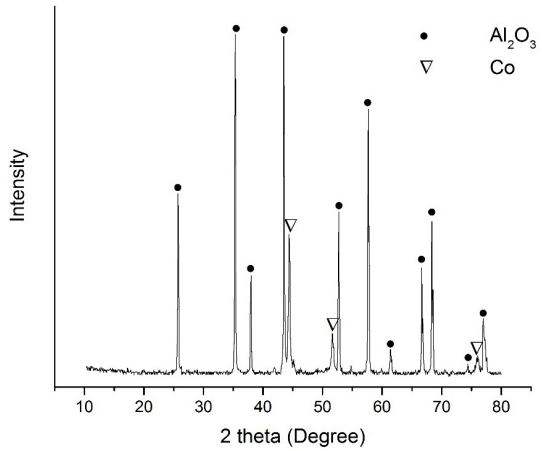


شکل ۸- ریزساختار پودر آلومینا-کبالت احیاء شده از روش احیاء واکنشی و دردمای ۱۱۰۰°C و به مدت ۲ ساعت

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.

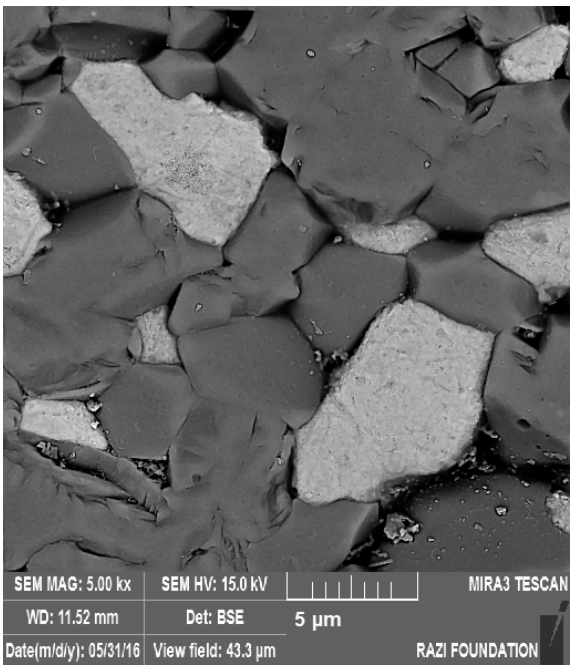
شکل ۱۰ و شکل ۱۱ به ترتیب تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر ACR و AC2 بعد از زینتر پلاسما جرقه‌ای نمایش می‌دهند. همچنین جدول ۱ خواص مکانیکی این دو کامپوزیت را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در نمونه ACR دانه‌های فلزی به خاطر وقت زیادی که در کنار هم بودند و به دلیل تغییر فرم پلاستیک همزمان با گرمادهی دانه‌ها به سمت هم حرکت کرده و رشد کرده‌اند و به اندازه دانه‌ای بیش از ۵ میکرون رسیده‌اند. در حالی که در نمونه AC2 به دلیل اینکه تجزیه 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 فازهای فلزی با آلومینا در نمونه‌ی ACR چسبندگی بین فاز فلز و آلومینا کمتر رخ داده درحالی که در نمونه‌ی AC این چسبندگی بهتر شده است. علت آن نیز می‌تواند چسبندگی خوب فازهای اسپینلی و اکسیدی بسیار نازک باقی‌مانده با آلومینا باشد. این افزایش شدید اندازه دانه موجب کاهش سختی و استحکام و چقرمگی در کامپوزیت ACR شد همچنین مشکل ترشوندگی در این کامپوزیت مانع رسیدن آن به چگالی‌های نسبی بالا شده است.



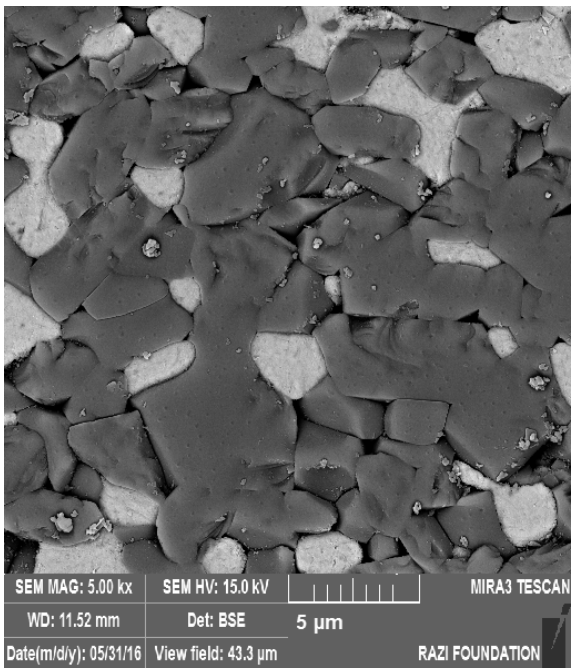
شکل ۹- الگوی پراش اشعه ایکس پودر AC2، بعد از زینتر پلاسما جرقه‌ای

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]



شکل ۱۰- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر ACR، بعد از زینتر پلاسما جرقه‌ای



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

جدول ۱- خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها

	چگالی نسبی (٪)	استحکام خمشی (MPa)	چقرمگی ($MPa.m^{1/2}$)	سختی (GPa)
ACR	۸۶/۷	۲۲۷±۹	۷/۲ ± ۰/۹	۹/۸ ± ۰/۸
AC2	۹۴/۵	۳۵۴±۸	۹/۱ ± ۰/۸	۱۱/۴ ± ۰/۶

به دلیل رشد ذرات فلزی و عدم چسبندگی مناسب مابین فاز فلزی و آلومینا، چگالی نسبی نمونه‌ی ACR به ۸۷٪ 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 این تحقیق نشان داد که برای تهیه کامپوزیت‌های آلومینا-کبالت، روش احیاء، آلومینوترمیک حین زینتر به روش پلاسمای جرقه‌ای، روش مناسب‌تری نسبت به احیای اسپینل آلومینات کبالت در بستر کربنی یا آلومینوترمیک پودری است. در روش احیاء، همراه با زینتر چگالی نسبی نمونه‌ها زینتر شده در دمای ۱۴۰۰°C تحت فشار ۳۰ مگا پاسکال و مدت زمان ده دقیقه به حدود ۹۴/۵٪ رسید که دارای استحکام خمشی ۳۵۴ MPa، سختی ۱۱/۴ GPa و چقرمگی ۹/۱ $MPa.m^{0.5}$ بود. چقرمگی، استحکام خمشی و سختی به دلیل اتصال بهتر آن‌ها با زمینه آلومینایی به ترتیب حدود ۲۶٪، ۵۶٪ و ۱۶٪

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

نسبت به نمونه‌های احیای آلومینوترمیک و سپس زینتر شده رشد داشته‌اند.

مراجع

[1] 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.

[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.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]

[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, "X-ray 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

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-13]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.1.2.2]