

## 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>\*</sup><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](mailto:hossienkharazmipoor953@gmail.com)

### چکیده:

در این تحقیق به منظور بررسی تأثیر افزودن اکسید کروم، اکسیذیرکونیوم و اکسیدنیوبیوم بر رفتار تفجیشی و ریزساختار سرامیک‌های آلومینایی از روشن آسیاکاری مکانیکی استفاده گردید. بدین منظور از پودر آلومینایی به عنوان مواد اولیه و از پودرهای اکسید کروم، اکسید زیرکونیوم و اکسیدنیوبیوم به عنوان ماده افزودنی استفاده شد. اکسید کروم در حد ۱۰٪ درصد وزنی، اکسید زیرکونیوم در حد ۱۰٪ درصد وزنی و اکسیدنیوبیوم در حد ۱ درصد وزنی به نمونه آلومینایی افزوده شد. پودرهای کامپوزیت به صورت محوری تحت فشار ۳۰ MPa درون قالب فلزی شکل دهی قرار گرفت، سپس نمونه‌ها در دمای ۱۳۰۰°C تا ۱۵۰۰°C به مدت دو ساعت درون کوره تحت تغییر گرفتند. در شناسایی فازها از پراش اشعه ایکس و برای بررسی ریزساختارها از میکروسکوپ الکترونی روشی استفاده شد. نتایج بررسی‌ها نشان داد که با افزودن این اکسیدها به نمونه چگالی تغییر جوشی و سختی افزایش یافته و به حد اکثر مقدار خود در دمای ۱۵۰۰°C می‌رسد. بیشترین چگالی و سختی مربوط به نمونه آلومینایی-اکسیدنیوبیوم و به ترتیب برابر با  $3.71 \text{ g/cm}^3$  و  $1292 \text{ HV}$  است. از طرفی دیگر اندازه دانه‌های زمینه آلومینایی پس از تغییر جوشی در اثر خضور اکسیدهای مختلف افزایش می‌یابد و بیشترین افزایش اندازه دانه را اکسیدنیوبیوم و برابر با  $3.68 \mu\text{m}$  ایجاد می‌کند.

### اطلاعات مقاله:

دريافت: ۱۳۹۵/۶/۶

پذيرش: ۱۳۹۵/۹/۲۳

### کلید واژه:

اکسید کروم، اکسیدنیوبیوم، اکسید زیرکونیوم، تغییرات جوشنی، ریزساختار

سرامیکی است. در کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، هدف اولیه فراهم کردن چرمگی 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 [۲-۳]. آلومینایی از معروف‌ترین سرامیک‌ها و در عین حال دارای

### ۱- مقدمه

بزرگترین کمبود سرامیک‌ها نسبت به فلزات در چرمگی شکست بسیار پایین آن‌هاست. بهمود چرمگی 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 آلمینا 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 چرمگی، سختی بیش از هر خواص دیگر مورد توجه واقع گشته است. خواص ریزساختاری این مواد به صورت گستردگی به فرآیند تولید این مواد بستگی دارد و عموماً برای تولید این کامپوزیت‌ها از فرآیند تف جوشی استفاده می‌شود. افزودن عناصری مثل اکسیدکروم بر روی سختی نیز تاثیر دارد. در این تحقیق تاثیر اکسیدکروم، اکسیدنیوبیوم و زیرکونیا بر خواص فیزیکی آلمینا 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 آلمینا (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، Lbakm, India)، پودر زیرکونیا (اندازه ذرات ۱۰ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، Akvfyt, India) با ۲ درصد وزنی و اکسید کروم (کرومیا) (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، Akvfyt, India) با ۰/۶ درصد وزنی و اکسیدنیوبیوم (نیوپیا) (اندازه ذرات ۳ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، German Merck) با ۱ درصد وزنی اضافه می‌شود. همچنین از اتیلن گلیگول 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 استارئیک و استون برای

بهترین خواص هم چون سختی در دمای بالا، مقاومت سایشی بالا هست اما چرمگی شکست آن پایین و متوسط است. مشکل چرمگی 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 [۲-۴]. 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 آلمینا\_زیرکونیا جانشین ترکیبات آلمینیایی شده‌اند [۲-۶]. آلمینا-زیرکونیا کامپوزیت‌هایی دوتایی هستند که در آن زیرکونیا به زمینه آلمینا به عنوان یک فاز دوم اضافه شده است. زیرکونیا دارای سه اشکال کریستالوگرافی است که عبارتند از: فازهای مونوکلینیک، تتراغونال، مکعبی [۷]. کامپوزیت آلمینا-زیرکونیا به دلیل خواص مکانیکی عالی خود سختی، استحکام، چرمگی بالا و مقاومت در برابر سایش به طور گستردگی برای کاربردهای مختلف از قبیل قطعات سایشی، ابزار برش، ایمپلنت‌های بیوبزشکی، قطعات ساختاری، قطعات مورد کاربرد در فضایی‌ها، قطارهای سریع السیر و اتومبیل‌ها استفاده می‌شود [۲-۶]. در سال ۲۰۰۰ ریو و همکارانش [۸] در مطالعات خود اثر افزودن اکسیدکروم را به نمونه آلمینا 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 آلمینای تقویت شده نشان داد که افزایش درصد وزنی اکسیدنیوبیوم سختی و چرمگی و چگالی تف جوشی را افزایش و باعث کاهش تخلخل می‌شود. همچنین افزایش در دمای تف جوشی چگالی را



۱۵۰۰°C و ۱۴۰۰°C به مدت دو ساعت با نزد گرمایش ۱۰ درجه بر دقیقه در کوره الکتریکی مدل Amagams عملیات حرارتی گردیدند. پس از فرآیند گرمایش، کوره خاموش و نمونه‌ها درون کوره تا دمای اتاق در اتمسفر هوا سرد شدند. اندازه‌گیری چگالی نمونه‌ها قبل از تف جوشی به روش ابعادی محاسبه گردید و محاسبه چگالی و تخلخل نمونه‌ها تف جوشی شده به روش ارشمیدس، مطابق با استاندارد ASTM C373 (ASTM C373) انجام شد چگالی نسبی از تقسیم چگالی تف جوشی (چگالی نمونه‌های تف جوشی شده به روش ارشمیدس) بر چگالی تئوری به دست می‌آید محاسبه می‌شود. برای محاسبه چگالی تئوری نمونه‌های 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 اکسیدنیوبیوم 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، نمونه‌ها پس از فرآیند پولیش در محلول ۰/۵ درصد اسید فلوریدیریک (HF) به مدت ۱۵ ثانیه اج شدند. به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده و مورفولوژی فازهای به دست آمده از دستگاه VEGA\TESCAN- میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل LMU و به منظور تعیین دقیق‌تر 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 نیوتون انجام شد و برای هر نمونه در سه نقطه سختی سنجی صورت گرفت که در نهایت،

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

جدول ۱- ترکیب شیمیایی نمونه‌های کامپوزیتی

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

آسیاب مورد استفاده در این تحقیق از نوع آسیاب سیاره‌ای پرانرژی دارای دو ظرف فولادی، ساخت ایران، اصفهان، مدل Sepahan 84D بود. جهت بهبود در امر آسیاب کاری و یکنواخت شدن همگن سازی از گلوله‌های فولادی با اندازه‌های 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 نسبت‌های مختلف و آسیاب کاری آن‌ها، پودرها جهت شکل‌دهی مهیا شدند. جهت چسبندگی بهتر پودرها در هنگام اعمال فشار معادل ۳۰۰ MPa از اتیلن گلیکول استفاده شد. برای تهیه نمونه‌های کامپوزیتی قرصی شکل از یک استوانه‌ای توخالی با قطر ۱۰ میلی‌متر استفاده شد. نمونه به دست آمده استوانه‌ای شکل همانند قرص دارای ارتفاع تقریباً ۳ میلی‌متر و قطر ۱۰ میلی‌متر می‌باشد نمونه‌های بدست آمده در سه دمای ۱۳۰۰°C



رفتار فشرده سازی زمینه آلمینا را بهبود می‌بخشد که به دلیل شباهت شعاع یونی، یون‌های  $\text{Al}^{+3}$  و  $\text{Nb}^{+5}$  است که نفوذ یون‌ها را در امتداد مرزدانه 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<sup>[۹]</sup>. چگالی تفجوشی برای نمونه‌های آلمینا\_اکسیدکروم، آلمینا\_زیرکونیا و آلمینا\_اکسیدنیوبیوم در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  به ترتیب برابر با  $3/78 \text{ g/cm}^3$ ,  $3/36 \text{ g/cm}^3$ ,  $3/17 \text{ g/cm}^3$  و  $3/11 \text{ g/cm}^3$  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 آلمینا\_اکسیدنیوبیوم بالاترین چگالی نسبی نسبت به بقیه نمونه‌ها دارد. یکی از دلایل کاهش چگالی نسبی نمونه آلمینا\_زیرکونیا نسبت به نمونه‌های دیگر علاوه بر تخلخل‌ها وجود زیرکونیا است که مانع از فشردگی کامپوزیت می‌شود. همان‌طور که حلالیت‌پذیری جامد زیرکونیا در آلمینا کوچک است، مقدار بیش از ۵ درصد حجمی ذرات زیرکونیا استفاده برای ساخت کامپوزیت آلمینا-زیرکونیا به عنوان یک فاز جداگانه در ساختار آلمینا وجود دارد که مانع فشردگی ساختار می‌شود<sup>[۱۴]</sup>. اما در حالت کلی افزودن این عناصر به آلمینا چگالی تفجوشی را افزایش می‌دهد.

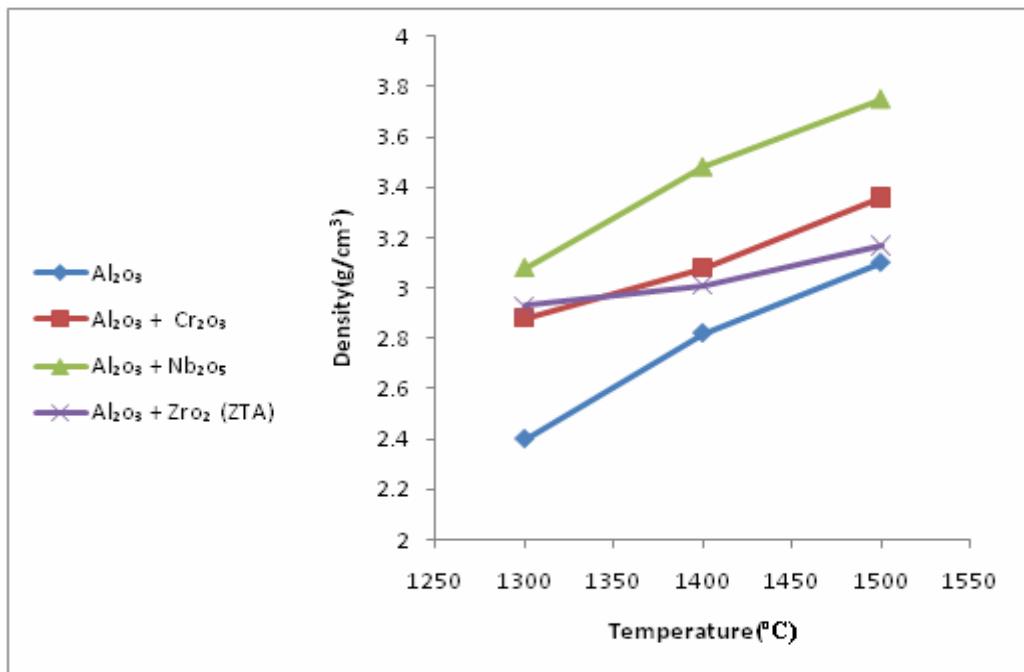
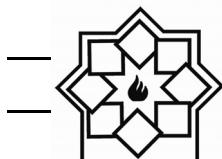
میانگین عدد به دست آمده به عنوان سختی نمونه‌ها در نظر گرفته شد. برای محاسبه میانگین اندازه دانه در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  از نرم افزار Image Analyzer استفاده گردید. با استفاده از پراش اشعه ایکس برای ارزیابی مقدار فاز مونوکلینیک و تتراگونال به ترتیب از رابطه ۲ و ۳ استفاده می‌شود. در اینجا ( $X_m$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

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

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

### 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 آلمینای خالص چگالی تفجوشی را افزایش می‌دهد. یکی از دلایل افزایش چگالی تفجوشی در نمونه آلمینا\_اکسیدکروم با افزایش دما کاهش تخلخل‌ها و همچنین تشکیل محلول جامد آلمینا\_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	۱۵۰۰ °C			۱۴۰۰ °C			۱۳۰۰ °C		
	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی	تخلخل	چگالی نسبی
$\text{Al}_2\text{O}_3$	۷۰	۳۵	۶۵	۴۰	۶۰	۴۰	۶۰	۴۰	۶۰
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Cr}_2\text{O}_3$	۸۵	۲۲	۷۸	۲۷	۷۳	۲۷	۷۳	۲۷	۷۳
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ (ZTA)	۷۷	۲۷	۷۳	۲۹	۷۱	۲۹	۷۱	۲۹	۷۱
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Nb}_2\text{O}_5$	۹۵	۱۲	۸۸	۲۲	۷۸	۲۲	۷۸	۲۲	۷۸

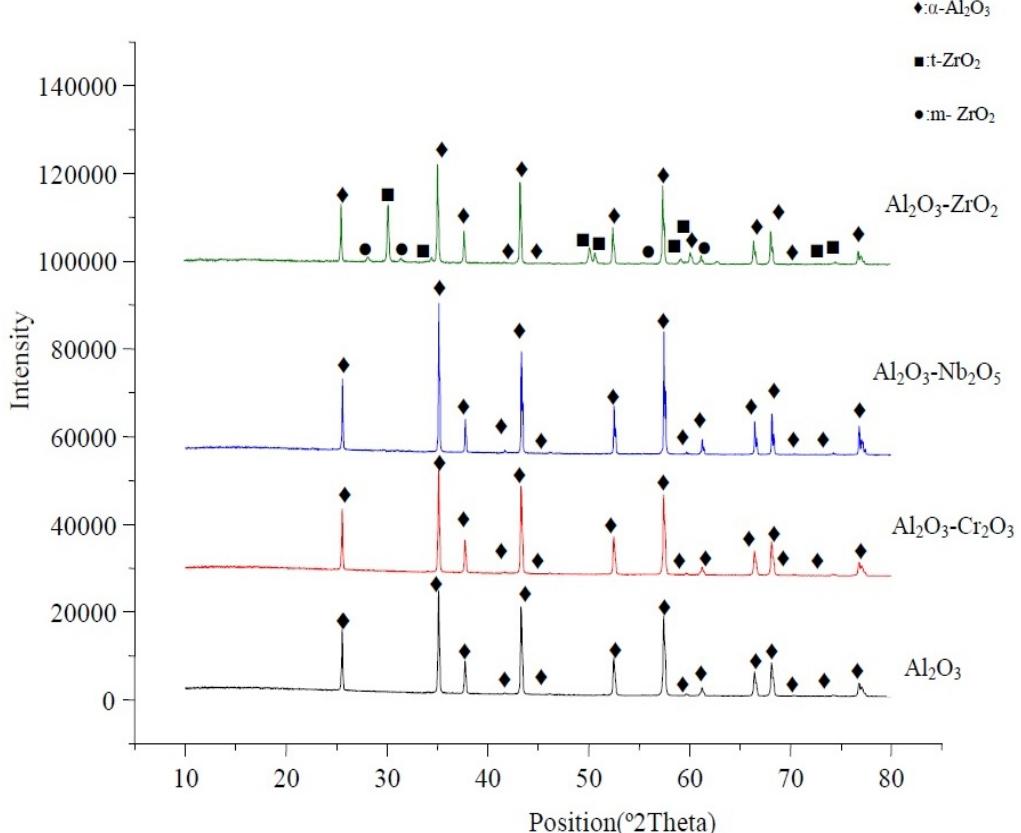
مطابق با نتایج هیراتا و همکارانش [۱۵] است. در الگو پراش اشعه ایکس نمونه‌های تف جوشی شده در شکل ۲ نشان داده شده است. در نمونه آلمینا\_اکسیدکروم تنها پیک‌های از آلمینا مشاهده شده و هیچ گونه پیکی که نشان دهنده ترکیب جدیدی در حین تف جوشی ایجاد شده باشد و یا پیک‌های از اکسیدکروم نشان داده نشده است که دلایل آن می‌توانند یکی به دلیل حل شدن اکسیدکروم درون آلمینا بخاطر ساختمان کوراندوم همسان و دیگری درصد کم و تبخیر اکسیدکروم در نمونه می‌باشد که نتایج

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



صورت تتراترگونال و مونوکلینیک قابل مشاهده است. درصد فاز تتراترگونال 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  $1500^{\circ}\text{C}$

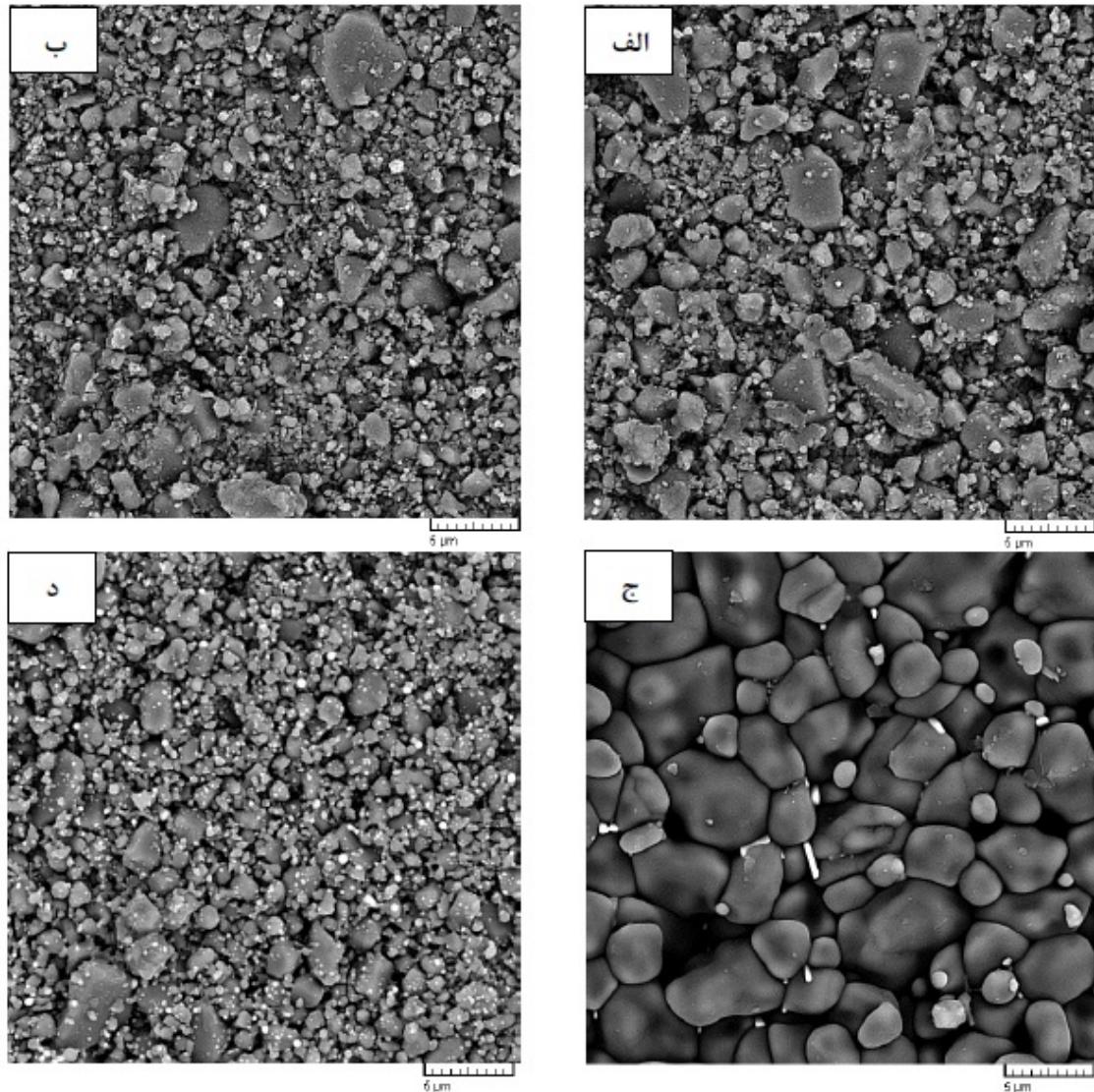
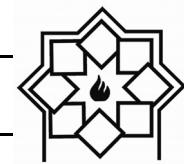
اکسیدکروم به‌وسیله رنگ سفید و فاز زمینه با رنگ تیره مشخص شده است. همانطور که از شکل (۳ب) مشخص است نمونه آلومینا\_اکسیدکروم دارای تخلخل است و در مقایسه با نمونه آلومینا خالص تف جوشی مناسب‌تری صورت گرفته است. زمانی که اکسیدکروم به یک سیستم آلومینای اضافه می‌شود محلول جامد هم والانس در کل ترکیب تشکیل خواهد شد به این دلیل که هم اکسیدکروم و هم اکسیدآلومینیوم دارای ساختار کریستالی کوراندوم همسان هستند. هنگام واکنش در دماهای بالاتر از  $1000^{\circ}\text{C}$

شکل ۳ ریزساختار سطوح پولیش شده از نمونه‌های آلومینا، آلومینا\_اکسیدکروم و آلومینا\_اکسیدنیوبیوم 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



هنوز مقداری تخلخل که نقاط تیره رنگ هستند مشخص است. ذرات سفید رنگ که با توزیع مناسب در کل نمونه پخش شدند اکسیدنیوبیوم هستند که در موقعیت بین دانه‌ای یا در اتصالات سه گانه دانه‌های آلمینا قرار می‌گیرند و با تقویت و تمیز کردن مزدانه باعث چسبندگی بهتر و در نتیجه افزایش استحکام می‌شود[۷]. شکل به خوبی نشان داده که دانه آلمینا بزرگتر و حدود  $3/68 \mu\text{m}$  می‌باشد که نشان می‌دهد. اکسیدنیوبیوم 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 آلمینا ناشی از بهم آمیختگی دانه‌ها است که به مهاجرت مرز دانه مربوط است. ذرات زیرکونیا 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 آلمینا-زیرکونیا به عنوان یک فاز جداگانه در داخل  $\text{Al}_2\text{O}_3$  وجود دارد این را به خوبی می‌توان در شکل(۳) دید.

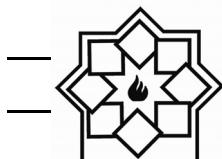
محلول جامد جانشین به دست می‌آید. محلول جامد هم والانس زمانی اتفاق می‌افتد که یک اتم یا یون جانشین یک اتم یا یون با بار الکتریکی یکسان در ساختار منشاء شود[۲]. هنگامی که اکسیدکروم (۶/۰ درصد وزنی) افزوده شود اندازه دانه‌های فاز آلمینا بزرگتر شده و برابر با  $1/13 \mu\text{m}$  می‌باشد. به طوری که در شکل(۳ج) فاز افروزنی اکسیدنیوبیوم به وسیله رنگ سفید و فاز زمینه با رنگ تیره مشخص شده است. همانطور که در شکل (۳ج) مشخص است نمونه آلمینا\_اکسیدنیوبیوم دارای تخلخل کمتر است و در آن نسبت به بقیه نمونه‌ها تف جوشی مناسب‌تری صورت گرفته است. در شکل(۳ج) افروزن اکسیدنیوبیوم به آلمینا رفتار فشرده سازی زمینه فاز آلمینا 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 آلمینا\_اکسیدنیوبیوم دارای تف جوشی بهتری نسبت به دیگر نمونه‌ها است. در ترکیب آلمینا\_اکسیدنیوبیوم دانه‌ها به هم چسبیدگی پیدا کردند که این مطلب را می‌تواند از روی شکل(۳ج) به خوبی دید اما



شکل ۳- ریزساختار نمونه‌ها (الف) (ب) (ج) (د) (پ)  $Al_2O_3 + ZrO_2$   $Al_2O_3 + Nb_2O_5$   $Al_2O_3 + Cr_2O_3$   $AlNbO_4$

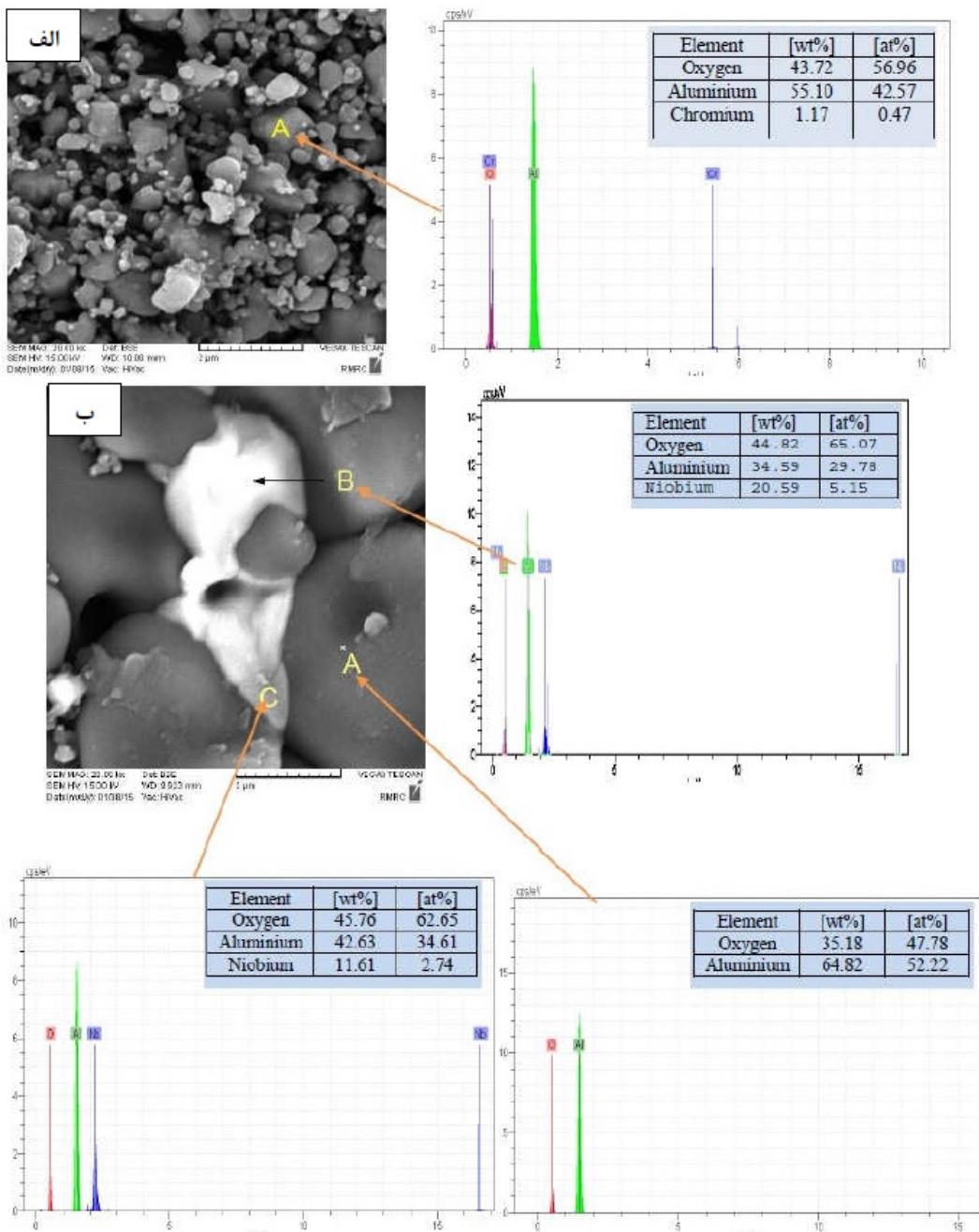
اکسیدنیوبیوم نشان می‌دهد. فازهای تیره رنگ که با A نشان داده شده مطابق آنالیز عنصری (EDS) مربوط به منطقه A که شامل عناصر Al و O می‌باشد که فاز زمینه آلمینیا را نشان می‌دهد. منطقه C نشان داده شده مطابق با آنالیز عنصری آن منطقه شامل پیکهای از عناصر مختلف است که این فاز مایل به رنگ شیری، که در گوش و در بین دو دانه آلمینیا قرار گرفته محلول جامد  $AlNbO_4$  است این

شکل (۴(الف) ریزساختار نمونه کامپوزیتی آلمینیا-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 آلمینیا را نشان می‌دهد. همچنین با توجه به آنالیز عنصری نمونه در منطقه A وجود اکسیدکروم در نمونه به اثبات می‌رسد. شکل (۴(ب) ریزساختار نمونه کامپوزیتی آلمینیا-



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

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

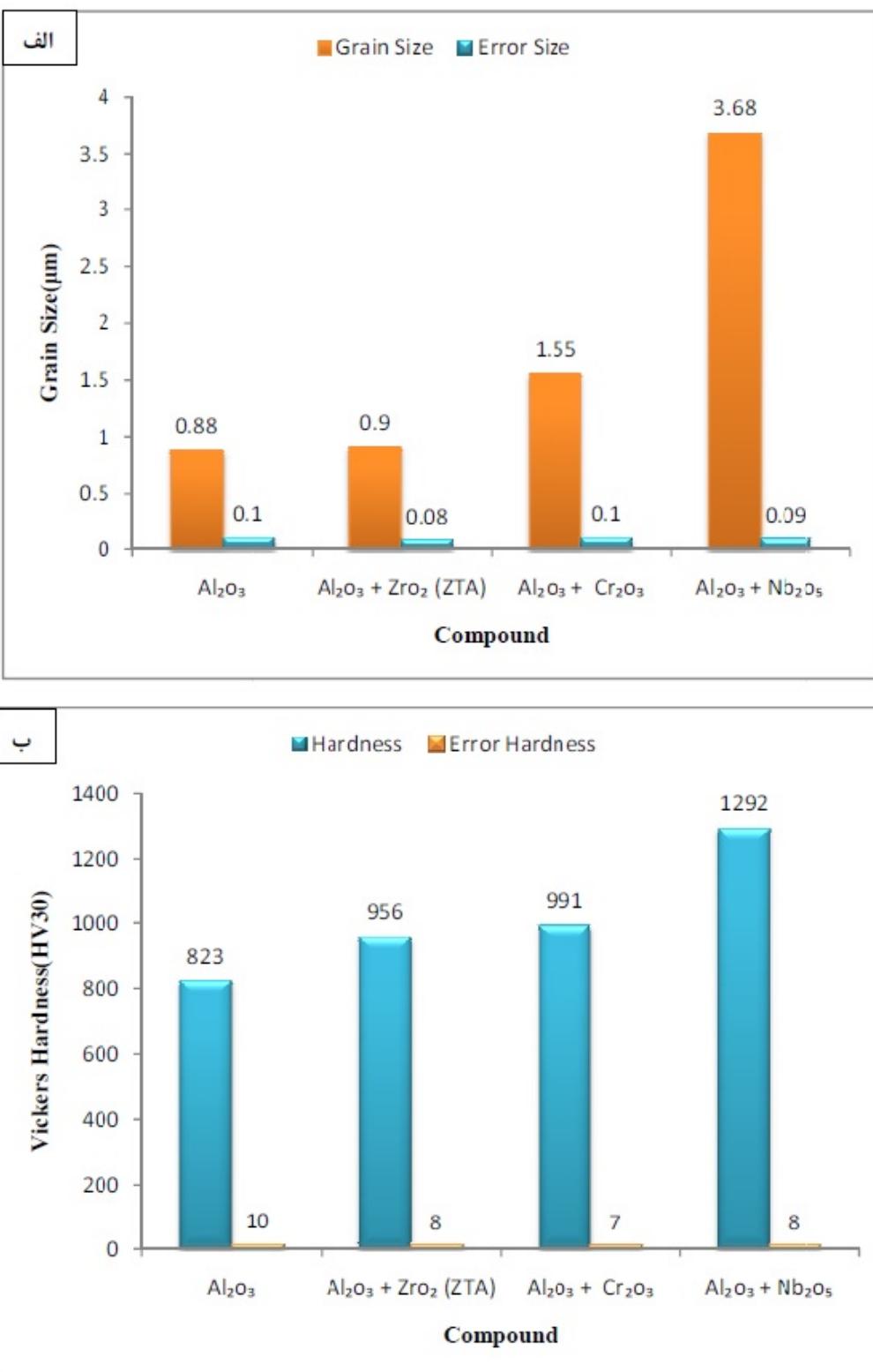
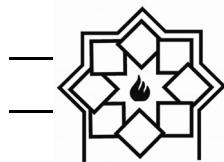


شکل ۴- آنالیزهای عنصری (EDS)، (الف) نمونه  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Nb}_2\text{O}_5$  (ب) نمونه  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Cr}_2\text{O}_3$  در مناطق مختلف



نشان داده شده است. بیشترین سختی مربوط به نمونه تف‌جوشی شده آلمینا\_اکسیدنیوبیوم برابر با HV ۱۲۹۲ است که به دلیل تف‌جوشی عالی تر نمونه و در نتیجه چگالی بالاتر و تخلخل کمتر به‌دست آمد. بهبود سختی در نمونه تف‌جوشی شده آلمینا\_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 اولیویرا و همکارانش [۱۷] مطابقت دارد. سختی نمونه آلمینا خالص تف‌جوشی شده برابر با HV ۸۲۳ محاسبه گردید. زمانی که به نمونه آلمینا خالص زیرکونیا افزوده می‌شود سختی نمونه تف‌جوشی شده آلمینا-زیرکونیا برابر با HV ۹۵۶ محاسبه گردید. افزودن اکسیدکروم به نمونه آلمینای خالص همانطور که در شکل(۵ب) 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 به‌وسیله شکل‌گیری محلول جامد هم والانس بین  $\text{Al}^3$  و  $\text{Cr}^3$  ایجاد شده باشد چون هر دوی آن‌ها ساختار کوراندوم مشابه داشتند. و سختی مربوط به نمونه آلمینا\_اکسیدکروم تف‌جوشی شده برابر با HV ۹۹۱ است. همچنین بهبود در سختی نمونه‌ها به تراکم و چگالی بالاتر نمونه‌ها و تخلخل کمتر وابسته است. کامپوزیت تف‌جوشی شده آلمینا\_اکسیدنیوبیوم سختی بالاتری نسبت به دیگر نمونه‌ها دارد که دلیل اصلی آن تخلخل کمتر و تراکم و تف‌جوشی بهتر است.

میانگین اندازه دانه‌های آلمینا در نمونه‌های مختلف در دمای  $1500^\circ\text{C}$  از روی ریزساختار نمونه‌ها که در شکل ۳ نشان داده شده محاسبه گردید. شکل(۵الف) اثرات افزودن اکسیدنیوبیوم، اکسیدکروم و زیرکونیا را روی اندازه دانه‌های آلمینا نشان می‌دهد. همانطور که در شکل(۵الف) نشان داده شده اندازه دانه‌های آلمینای نمونه آلمینا\_اکسیدنیوبیوم برابر با  $3/68\mu\text{m}$  است. زمانی که اکسیدنیوبیوم به نمونه آلمینا افزوده شود میانگین اندازه دانه‌های آلمینا 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 همچنین حسن و همکارانش [۹] است که نشان دادند افزودن اکسیدنیوبیوم میانگین اندازه دانه‌های آلمینا زمینه را افزایش می‌دهد زمانی که به عنوان محلول جامد در آلمینا حل شود [۱۸]. میانگین اندازه دانه‌های آلمینا در کامپوزیت آلمینا\_زیرکونیا برابر با  $0/9\mu\text{m}$  است. اثرات افزودن اکسیدکروم روی اندازه دانه‌های آلمینا همانطور که در شکل(۵الف) نشان می‌دهد اکسیدکروم اندازه دانه‌های آلمینا را افزایش می‌دهد به‌طوری که زمانی که اکسیدکروم به آلمینا افزوده شود اندازه دانه آلمینا از  $1/55\mu\text{m}$  به  $0/88\mu\text{m}$  افزایش می‌یابد که از دلایل آن حل شدن اکسیدکروم درون آلمینا و نفوذ یون‌های Cr درون ساختار است. ضریب نفوذ یون Cr دارای یک نظام منظم تر و بزرگ‌تر درون جسم است و این نتیجه منطقی با نتایج ریو و همکارانش [۹] است که نشان دادند با افزودن اکسیدکروم اندازه دانه‌های زمینه آلمینا افزایش می‌یابد. سختی تمام نمونه‌ها در دمای  $1500^\circ\text{C}$  در شکل (۵ب)

شکل ۵ - (الف) اندازه دانه های آلومنیا (ب) سختی ترکیبات زینتر شده در  $1500^{\circ}\text{C}$



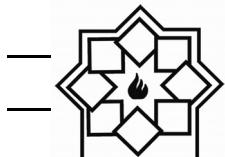
- 91– 96, (2012).
- [3] D. Casellas, “Fracture Toughness of Alumina and ZTA Ceramics: Microstructural Coarsening Effects”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 143–144, PP. 148–152, (2003).
- [4] N. A. Rejab, and A. Azhar, “The Relationship between Microstructure and Fracture Toughness 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”, *Intertional Journal of Refractory Metals and Hard Matnaerials*, 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 Ceramis 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 آلومینای 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 یهتر نمونه است.
- عکس‌های SEM و EDS وجود فاز جدیدی از ترکیب فازهای آلومینیوم و نیوبیوم را نشان می‌دهد که این فاز احتمالاً AlNbO<sub>4</sub> باشد.
- اندازه دانه‌های زمینه آلومینا با افزودن اکسیدنیوبیوم، اکسیدکروم و زیرکونیا به نمونه افزایش می‌یابد و بیشترین افزایش اندازه دانه را اکسیدنیوبیوم و برابر با ۳/۶۸  $\mu\text{m}$  ایجاد می‌کند.

## مراجع

- [1] 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  $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{ZrO}_2$  Ceramic Composites", *Ceramic International*, Vol. 37, PP. 2411–2421, (2011).
- [15] T. Hirata, K. Akiyama, "Sintering behavior of  $\text{Cr}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 20, PP. 195-199, (2000).
- [16] Y. F. Hsu, "Influence of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  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  $(\text{Al}_2\text{O}_3)-(\text{Nb}_2\text{O}_5)$  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 ( $\text{AlNbO}_4$ )", *Acta Chemica Scandinavica*, Vol. 16, PP. 421 – 430, (1962).